

PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales BüroINTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

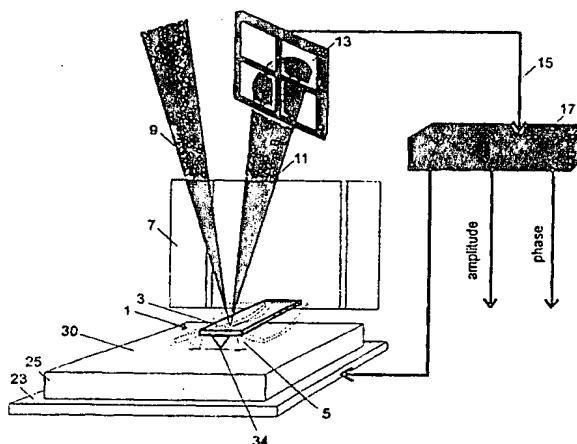
(51) Internationale Patentklassifikation <sup>7</sup> : <b>G01N 13/16, 19/00</b>	<b>A1</b>	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: <b>WO 00/40946</b>  (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: <b>13. Juli 2000 (13.07.00)</b>
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: <b>PCT/DE00/00003</b></p> <p>(22) Internationales Anmeldedatum: <b>4. Januar 2000 (04.01.00)</b></p> <p>(30) Prioritätsdaten: <b>199 00 114.6      5. Januar 1999 (05.01.99)      DE</b></p> <p>(71)(72) Anmelder und Erfinder: <b>KROTIL, Hans-Ulrich</b> [DE/DE]; Ulmer-Strasse 16, D-89233 Neu-Ulm (DE).</p> <p>(72) Erfinder; und</p> <p>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): <b>STIFTER, Thomas</b> [DE/DE]; Rechbergstrasse 7, D-89281 Illereichen (DE). <b>MARTI,</b> Othmar [DE/DE]; Kelternweg 123, D-89075 Ulm (DE).</p> <p>(74) Anwalt: <b>TILGER, Bernhard</b>; Erbisgasse 3, D-64646 Heppenheim (DE).</p>	<p>(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p><b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i> <i>Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist: Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i></p>	

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR SIMULTANEOUSLY DETERMINING THE ADHESION, FRICTION, AND OTHER MATERIAL PROPERTIES OF A SAMPLE SURFACE

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR GLEICHZEITIGEN BESTIMMUNG DER ADHÄSION, DER REIBUNG UND WEITERER MATERIALEIGENSCHAFTEN EINER PROBENOBERFLÄCHE

## (57) Abstract

The invention relates to a method for the location-resolved, simultaneous detection of adhesion and friction and optionally of other material properties of a sample surface (30) to be examined. To this end a raster probe (1) is used which comprises a raster probe microscope. Said raster probe (1) and/or the sample (25) with the sample surface (30) to be examined are displaced until the raster probe (1), at a position (34) of the sample surface (30) to be examined, interacts in a defined manner with the same. The raster probe (1) and/or the sample (25) are subjected to a vertical oscillation and a measuring signal is recorded which characterizes the deformation of the raster probe (1). In addition, a second measuring signal is recorded which characterizes the deformation of the raster probe (1), whereby the raster probe (1) and/or the sample (25) are subjected to a horizontal and/or vertical oscillation. The desired material properties are now determined from both of these measuring signals using an appropriate evaluation device. The raster probe (1) and/or the sample (25) are displaced once again in order to record the entire surface area to be examined, and are brought into contact with the sample surface (30) in the above-described manner in order to repeat the described measuring procedure at the next position to be examined. The invention also relates to a suitable raster probe microscope for carrying out this method.



### (57) Zusammenfassung

Es wird ein Verfahren zur orts aufgelösten simultanen Erfassung der Adhäsion und Reibung sowie gegebenenfalls auch weiterer Materialeigenschaften einer zu untersuchenden Probenoberfläche (30) mittels eines Rastersondenmikroskops beschrieben. Die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) mit der zu untersuchenden Probenoberfläche (30) werden hierbei so verfahren, bis die Rastersonde (1) an einer zu untersuchenden Stelle (34) der Probenoberfläche (30) auf bestimmte Art und Weise mit dieser wechselwirkt. Die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) werden hierbei einer vertikalen Schwingung unterworfen und es wird ein die Deformation der Rastersonde (1) charakterisierendes erstes Meßsignal aufgenommen. Zudem wird ein die Deformation der Rastersonde (1) charakterisierendes zweites Meßsignal aufgenommen, wobei die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) einer horizontalen und/oder vertikalen Schwingung unterworfen werden. Aus diesen beiden Meßsignalen werden nun mittels einer geeigneten Auswerteeinrichtung die gewünschten Materialeigenschaften bestimmt. Zur Erfassung des gesamten zu untersuchenden Oberflächenbereiches wird die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) erneut verfahren und zur Wiederholung des beschriebenen Meßvorgangs an der nächsten zu untersuchenden Stelle auf die oben beschriebene Art und Weise mit der Probenoberfläche (30) in Kontakt gebracht. Es wird auch ein geeignetes Rastersondenmikroskop zur Durchführung dieses Verfahrens beschrieben.

### LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

Verfahren und Vorrichtung zur gleichzeitigen Bestimmung der Adhäsion, der Reibung und weiterer Materialeigenschaften einer Probenoberfläche

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung zumindest zweier Materialeigenschaften, umfassend die Oberflächentopographie, die Adhäsion, die statische und dynamische Reibung sowie die Elastizität und Steifigkeit, mittels eines eine Rastersonde umfassenden Rastersondenmikroskops. Die Erfindung betrifft auch ein verbessertes Rastersondenmikroskop zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Die Rastersondenmikroskopie ermöglicht die zerstörungsfreie Charakterisierung von Probenoberflächen auf molekularer bzw. atomarer Skala. Neben der Topographie einer zu untersuchenden Oberfläche können auch noch eine Reihe weiterer Oberflächeneigenschaften, wie zum Beispiel die Reibung, die Adhäsion, die Nachgiebigkeit und andere elastische Eigenschaften bestimmt werden.

Zur Klasse der Rastersondenmikroskope gehören beispielsweise das Rastertunnelmikroskop (STM: Scanning Tunneling Microscope), Nahfeldmikroskope (SNOM: Scanning Near-Field Optical Microscope) und Kraft- oder Rasterkraftmikroskope (SFM: Scanning Force Microscope bzw. RKM: Rasterkraftmikroskop).

Bezüglich näherer Informationen zur Rastersondenmikroskopie sei an dieser Stelle auf folgende Veröffentlichung von Binnig et al verwiesen, deren Offenbarungsgehalt voll umfänglich in die vorliegende Anmeldung mit

aufgenommen wird: Binnig, G., Quate, C.F. und Gerber, C.: Atomic Force Microscope, Phys. Rev. Lett., 930 - 933, 56 (1986).

Die Bestimmung von adhäsiven Kräften erfolgt üblicherweise über eine Messung von Kraft-Distanzkurven mittels eines Rasterkraftmikroskops. Bei einer derartigen Messung wird die Rastersonde, d.h. die Meßspitze des Rasterkraftmikroskops, von einem größeren Abstand aus auf die zu untersuchende Probenoberfläche gefahren und anschließend wieder von ihr wegbewegt, wobei die abstandsabhängigen Kräfte über die Auslenkung eines Balkens oder Cantilevers erfaßt werden, an dem die Rastersonde angebracht ist. Nachteilig an dieser Vorgehensweise ist die recht geringe Meßgeschwindigkeit, die zudem mit einer außerordentlich speicherintensiven Bildaufnahme und einer recht zeitintensiven quantitativen Auswertung verbunden ist. Außerdem sind solche Messungen stark fehlerbehaftet. Da die Kraft-Distanzkurven zeilenweise aufgenommen werden, sind zudem Topographieinformationen nur recht aufwendig zugänglich.

Alternativ hierzu können adhäsive Kräfte auch durch eine Messung im sogenannten Pulsed Force Mode (PFM) bestimmt werden. Bei diesem Meßverfahren wird die Oberfläche einer zu untersuchenden Probe in einer Art Kontaktmodus periodisch mit Frequenzen im Kiloherzbereich, vorzugsweise 0,1 - 3 kHz, abgetastet. Durch diese Vorgehensweise lassen sich neben der Topographie gleichzeitig auch noch bestimmte Probeneigenschaften ermitteln, wie z. B. die lokale elastische Steifigkeit und die Adhäsion. Die Adhäsionswerte werden on-line gemessen. Die Messung der Adhäsion mittels der Pulsed-Force-Mode-Technik besitzt jedoch den Nachteil, daß die Meßgeschwindigkeit an die vertikale Modulationsfrequenz angepaßt werden muß und insoweit einer Einschränkung unterliegt. Bei einer Modulationsfrequenz von 1 kHz und einer Bildauflösung von 256 Pixel ergibt sich beispielsweise eine minimale Meßgeschwindigkeit pro Zeile von 0.256 s,

um für jedes Bildpixel durch einen Kontakt zwischen der Rastersonde und der Probe einen neuen Meßwert zu bekommen.

Bezüglich näherer Informationen zum Pulsed-Force-Mode sei an dieser Stelle auf folgende Veröffentlichungen verwiesen, deren Offenbarungsgehalt voll umfänglich in die vorliegende Anmeldung mit aufgenommen wird: S. Hild, A. Rosa, G. Volswinkler und O. Marti, "Pulsed Force Mode - a new method for the simultaneous imaging of mechanical and chemical surface properties", Bull. Mic. Soc. Can, 26, 24 (1998) und A. Rosa, E. Weilandt, O. Marti und S. Hild: „The simultanous measurements of elastic, electrostatic and adhesive properties by scanning force microscopy: pulsed-force mode operation", Meas. Sci. Technol., 8, 1 (1997).

Neben der Messung von Adhäsionskräften können mit Hilfe der Kraftmikroskopie auch Reibungsmessungen durchgeführt werden. Die Reibungsmessungen erfolgen üblicherweise im Kontaktmodus (SFFM: Scanning Erriction Force Microscopy), wobei die laterale Tordierung des Federbalkens oder Cantilevers erfaßt und als Maß für die lokale Reibung verwendet wird. Diese konventionelle Art der Reibungsmessung leidet unter einer geringen Reproduzierbarkeit der Meßergebnisse. Da in den erfaßten Reibungssignalen auch Topographieeffekte enthalten sind, erhält man zudem keine qualitativen on-line-Ergebnisse. Zum Ausmitteln der unerwünschten Topographieeffekte ist vor allem bei nichtlinearisierten Scanpiezoelementen eine zeitaufwendige Bildbearbeitung erforderlich, um Hin- und Rückscanbilder zur Deckung zu bringen. Die erhaltenen Ergebnisse können zudem nicht unmittelbar in die darauffolgenden Messungen einfließen. Ferner gibt es bisher keine einheitlichen Kalibrierungsstandards zur quantitativen Bestimmung der Reibungskontraste. Mit dem SFFM-Verfahren ist außerdem nur die Gleitreibung meßbar, so daß es keine Aussage über die Haftreibung ermöglicht. Zur exakten Bestimmung der Gleitreibung in Abhängigkeit von der

Normalkraft ist eine Meßreihe mit variierenden Normalkräften notwendig. Zudem ist auch eine eventuelle Veränderung oder Beschädigung von weichen scherkraftempfindlichen Proben möglich. Eine Mitschleppen von Probenverunreinigungen kann zu falschen Reibungskontrasten führen. Ferner sind auch klebrige Probensysteme nicht meßbar.

Weitere Informationen zur konventionellen Reibungskraftmikroskopie können beispielsweise den folgenden Veröffentlichungen entnommen werden, deren Offenbarungsgehalt voll umfänglich in die vorliegende Anmeldung mit aufgenommen wird: Mate, C.M; McClland, G.M; Erlandson R.; Chiang S.: Atomic-Scale Friction of a Tungsten tip on a Graphite surface, Phys. Rev. Lett., 59, (1987), 1942; Marti, O.; Colchero, J.; Mylnek, J.: Combined scanning force and friction microscopy of mica, Nanotechnology, 1, (1990), 141-144; Meyer, G.; Amer, N.M: Simultaneous measurement of lateral and normal forces with an optical-beam-deflection atomic force microscope, Appl. Phys. Lett., (1990), 2098.

Bei einem relativ neuen Verfahren zur Bestimmung der Reibung mittels eines Rastersondenmikroskops wird die zu untersuchende Probe zusätzlich zu einer konventionellen Reibungsmessung im Kontaktmodus (SFFM) mittels eines Scherpiezoelements lateral im 10 kHz-Bereich periodisch senkrecht zur langsamen Scanrichtung moduliert, wobei die Tordierung des Federbalkens im Kontaktmodus mittels der Lock-In-Technik aufgenommen und aus den Meßergebnissen die Haft- und Gleitreibung bestimmt wird. Neben der Topographie können auch noch weitere mechanische Eigenschaften, wie das elastische Verhalten, die (Scher-)Steifigkeit und bestimmte Relaxationszeiten bestimmt werden. Zur exakten Bestimmung der Haft- und Gleitreibung in Abhängigkeit von der Normalkraft ist jedoch eine Meßreihe mit variierenden Normalkräften notwendig. Zudem ist eine eventuelle Veränderung oder Beschädigung von weichen scherkraftempfindlichen Proben möglich. Ferner

kann ein Mitschleppen von Probenverunreinigungen zu falschen Reibungskonstanten führen. Außerdem sind auch hiermit klebrige Probensysteme nicht oder nur sehr schwer meßbar.

Nähere Informationen zu dieser dynamischen Reibungskraftmikroskopie können beispielsweise den folgenden beiden Literaturstellen entnommen werden, deren Offenbarungsgehalt voll umfänglich in die vorliegende Anmeldung mit aufgenommen wird: Yamanaka, K. und Tomita, E.: Lateral force modulation atomic force microscope for selective imaging of friction forces, Japanese Journal of Applied Physics, Part 1 (Regular Papers & Short Notes), Band 34, Nr. 5B, Seiten 2879 - 2882, (Mai 1995); Yamanaka, K.; Takano, H.; Tomita, E. und Fujihira, M.: Lateral force modulation atomic force microscopy of Langmuir-Blodgett film in water, Japanese Journal of Applied Physics, Part 1 (Regular Papers, Short Notes & Review Papers), Band 35, Nr. 10, Seiten 5421-5425, (Oktober 1996).

Eine orts aufgelöste simultane Messung der Adhäsionskräfte und der Reibungskräfte und (weiterer mechanischer Probeneigenschaften) an der Oberfläche einer zu untersuchenden Probe ermöglicht jedoch keines der aus dem Stand der Technik bekannten Meßverfahren. Mit einer einzelnen herkömmlichen Rasterkraftmikroskopie-Messung kann entweder die Adhäsion oder die Reibung der zu untersuchenden Probe ermittelt werden. Die Bestimmung dieser beiden Größen durch eine einzige Messung mit einem Rasterkraftmikroskop ist bisher technisch noch nicht möglich.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht daher in der Schaffung eines verbesserten Rastersonden-Meßverfahrens, mit dem sich zumindest die Adhäsion und die Reibung gleichzeitig messen lassen. Die genannten Größen sollen hierbei nach Möglichkeit, sei es allein oder gemeinsam, auch noch mit anderen interessierenden Materialeigenschaften, wie z. B. bestimmte

elastische Konstanten, umfassend die Adhäsion und die Steifigkeit, und/oder der Topographie, gleichzeitig meßbar sein, wobei der Ausdruck Materialeigenschaften im Rahmen der vorliegenden Beschreibung auch optische Signale einer zu untersuchenden Probe, sowie magnetische oder elektrische Kräfte, Informationen über die Temperaturverteilung und gegebenenfalls auch weitere Meßgrößen umfassen kann. Die Aufgabe besteht zudem in der Schaffung eines geeigneten Rastersondenmikroskops zur Durchführung eines solchen Meßverfahrens.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren gelöst, bei dem die Rastersonde eines Rastersondenmikroskops und/oder die Probe mit der zu untersuchenden Probenoberfläche in vertikaler und/oder horizontaler Richtung so verfahren wird, daß die Rastersonde an einer zu untersuchenden vorbestimmten Stelle der Probenoberfläche auf bestimmte Art und Weise mit der Probenoberfläche wechselwirkt. Die Rastersonde wird hierbei vorzugsweise mit einer bestimmten Normalkraft mit der Probenoberfläche in Kontakt gebracht. Die Rastersonde und/oder die Probe werden einer vertikalen Schwingung unterworfen und es wird ein die vertikale und/oder laterale Deformation der Rastersonde charakterisierendes erstes Meßsignal aufgenommen. Zudem wird ein die Deformation der Rastersonde charakterisierendes zweites Meßsignal aufgenommen, wobei die Rastersonde und/oder die Probe einer horizontalen und/oder vertikalen Schwingung unterworfen wird. Die beiden Meßsignale werden anschließend zur Bestimmung der gewünschten Probeneigenschaften ausgewertet. Das erste Meßsignal dient hierbei zur Bestimmung der Adhäsion, während aus dem zweiten Meßsignal auf die nachstehend noch beschriebene Art und Weise die Reibung ermittelt wird. Um eine vollständige Information über den zu untersuchenden Bereich der Probenoberfläche zu erhalten, wird die Rastersonde und/oder die Probe erneut verfahren, um die Rastersonde an der nächsten zu untersuchenden Stelle auf die oben beschriebene Art und Weise



mit der Probenoberfläche in Kontakt zu bringen, an der der zuvor beschriebene Meßvorgang wiederholt wird. Auf diese Art und Weise wird der gesamte zu untersuchende Oberflächenbereich zeilenweise abgetastet, so wie dies bei Fachleuten auf diesem Gebiet bekannt ist.

Hierdurch erhält man nicht nur ein topographisches Abbild der Probe, sondern es ist erstmals auch möglich, mit ein und derselben Messung lokal die Reibung, die Adhäsion und bestimmte elastische Eigenschaften einer Probe auf molekularer Ebene bis hinunter auf die atomare Ebene zu bestimmen. Die Reibung kann hierbei in Abhängigkeit von verschiedenen Normalkräften gleichzeitig bestimmt werden, so daß Meßreihen mit variierenden Normalkräften auf eine einzige Messung reduziert werden. Dies ist nicht nur mit einer deutlich geringeren Probenbelastung durch das Abrastern verbunden, sondern ermöglicht auf Grund der zeitlich gleichen Umgebungsbedingungen (Temperatur, Luftfeuchtigkeit, usw., Probenaltern) auch eine bessere Vergleichbarkeit der ermittelten Reibungswerte. Durch ein Variieren der Normalkraft ist die Kontrolle bzw. Bestimmung der kritischen Normalkraft, ab der die Probe bei der Reibungsmessung verändert oder zerstört wird, möglich. Zudem ist auch die eventuell unterschiedliche Abhängigkeit der Reibung von der Adhäsion beim Annähern oder Wegziehen des Federbalkens oder Cantilevers experimentell zugänglich. Durch das erfindungsgemäße Verfahren können auch Probensysteme, wie z.B. stark adhäsive oder klebrige Polymersysteme, die im Kontaktmodus nicht abgerastet werden können und somit einer herkömmlichen normalen oder dynamischen Reibungsmessung nicht oder nur schwer zugänglich sind, durch die sensible Abtastung des Pulsed-Force-Mode auf Reibung untersucht werden. Durch die punktuelle Abrasterung wird zudem auch das Mitschleifen von Schmutz weitgehend vermieden, so daß falsche Reibungskontraste durch eine Wechselwirkung zwischen der Rastersonde und dem Schmutz minimiert werden.

Bei dem erfindungsgemäßen Meßverfahren wird die Rastersonde und/oder die Probe vorzugsweise zumindest einer periodischen Schwingung unterworfen, wobei die Schwingungs- oder Modulationsrichtung insbesondere senkrecht oder parallel zur Abtast- oder Scanrichtung gewählt wird. Es sei jedoch darauf hingewiesen, daß auch beliebige Schwingungsrichtungen denkbar sind. Zur Bestimmung der dynamischen Reibung wird hierbei üblicherweise lateral parallel zur schnellen Scanrichtung moduliert, was zu einer Verbiegung und Torsion des Cantilevers führt. Die Modulation kann jedoch auch parallel zur langsamen Scanrichtung erfolgen, was eine Biegeschwingung des Cantilevers bewirkt. Zudem kann analog zur Bestimmung der dynamischen Reibung auch eine vertikale Probenmodulation, d.h. parallel zur Pulsed-Force-Mode-Modulation, durchgeführt werden, wobei beispielsweise über einen Lock-In-Verstärker die vertikale Deformation der Rastersonde ausgewertet wird (Amplitude und Phasenverschiebung). Hierdurch sind Aussagen über das mechanische Verhalten der Probe, insbesondere über deren Elastizität und Steifigkeit möglich.

Die Rastersonde und/oder der Probe wird in vertikaler Richtung vorteilhafterweise mit einer Frequenz von zumindest 10 Hz und einer Amplitude von zumindest 1 nm angeregt, wobei der bevorzugte Frequenz- und Amplitudenbereich 500 Hz - 2 kHz bzw. 10 - 500 nm beträgt.

Der vertikalen Schwingung der Probe und/oder der Sonde wird vorzugsweise zumindest eine zweite Schwingung mit einer Frequenz von zumindest 1 kHz und einer Amplitude von zumindest 0,1 nm, insbesondere jedoch mit einer Frequenz von 5 kHz - 1 MHz und einer Amplitude von 1 - 10 nm überlagert.

Es wird vorteilhafterweise eine horizontale Schwingung mit einer Frequenz von zumindest 500 Hz, insbesondere jedoch 10 - 100 kHz, und einer Amplitude von zumindest 0,1 nm, insbesondere jedoch 1 - 30 nm, verwendet.

Bei einem bevorzugten Ausführungsbeispiel wird das zweite Meßsignal auf die nachstehend noch ausführlich beschriebene Art und Weise mittels eines Lock-In-Verstärkers ausgewertet, von dem über eine Fourier-Transformation des Meßsignals die Reibungsamplitude und die Phase bestimmt wird. Als Rastersonde wird insbesondere die Spitze eines Kraftmikroskops und/oder eines optischen Nahfeldmikroskops mit dem auch optische Signale einer zu untersuchenden Probe erfaßt werden können verwendet, wobei die Spitze des Kraftmikroskops und die Spitze des optischen Nahfeldmikroskops auch in einer gemeinsamen Rastersonde integriert sein können.

Ein zur Durchführung dieses erfindungsgemäßen Verfahrens geeignetes Rastersondenmikroskop mit den im Oberbegriff des Anspruchs 1 angegebenen Merkmalen umfaßt erfindungsgemäß zusätzlich noch eine Einrichtung zum vertikalen und/oder horizontalen Verfahren der Probe, eine Einrichtung zur Erfassung der Probenbewegung und eine Einrichtung zur Erfassung der vertikalen und/oder lateralen Deformation der Rastersonde. Die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde bzw. der Probe sind hierbei so gestaltet, daß die Rastersonde und die Probenoberfläche durch sie so in Kontakt bringbar sind oder in Kontakt gebracht werden, daß sie auf bestimmte Art und Weise miteinander wechselwirken, was insbesondere einen Kontakt mit einer bestimmten Normalkraft umfaßt.

In einer bevorzugten Ausführungsform umfassen die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde bzw. der Probe zumindest ein Piezoelement, wobei vorzugsweise für jede dieser Einrichtungen zumindest ein Piezoelement vorgesehen ist.

Die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde bzw. der Probe, insbesondere die genannten Piezoelemente, werden vorzugsweise periodisch angeregt bzw. moduliert, wobei die Art der Anregung oder Modulation bereits der obigen Beschreibung des erfindungsgemäßen Verfahrens zu entnehmen ist.

Die Einrichtung zur Erfassung der vertikalen und/oder lateralen Deformation der Rastersonde kann in einer bevorzugten konstruktiven Ausgestaltung einen beispielsweise durch eine entsprechende Beschichtung auf die Rastersonde angebrachten Spiegel umfassen, der zur Ablenkung eines einfallenden Laserstrahls bestimmt ist, wobei die sich ergebende Ablenkung als Maß für die vorhandene Deformation der Rastersonde dient. Entsprechende Informationen können jedoch beispielsweise auch kapazitiv, interferometrisch oder piezoelektrisch gewonnen werden.

Das erfindungsgemäße Rastersondenmikroskop umfaßt vorzugsweise eine Auswerteeinrichtung zur gleichzeitigen Bestimmung zumindest zweier Materialeigenschaften, umfassend die Adhäsion, die statische und dynamische Reibung, die Oberflächentopographie sowie die Elastizität und Steifigkeit, durch Auswertung der erfaßten Deformation der Rastersonde. Diese Auswerteeinrichtung kann insbesondere einen Lock-In-Verstärker und einen Mikrocomputer zur Auswertung der Lock-In-Signale umfassen.

Die Rastersonde des erfindungsgemäßen Rastersondenmikroskops ist vorzugsweise die Spitze eines Kraftmikroskops und/oder eines optischen Nahfeldmikroskops, wobei die Spitze des Kraftmikroskops und die Spitze des optischen Nahfeldmikroskops auch in einer gemeinsamen Rastersonde integriert sein können.

Weitere Merkmale und Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens und des erfindungsgemäßen Rastersondenmikroskops zur Durchführung dieses Verfahrens ergeben sich nicht nur aus den zugehörigen Ansprüchen - für sich und/oder in Kombination - sondern auch aus der nachfolgenden Beschreibung bevorzugter Ausführungsbeispiele in Verbindung mit den zugehörigen Zeichnungen. In den Zeichnungen zeigen:

- Fig. 1        den prinzipiellen Aufbau eines erfindungsgemäßen Rastersondenmikroskops;
- Fig. 2        das für die Ableitung der Kräfte zugrundegelegte Koordinatensystem;
- Fig. 3A       die Balkenverbiegung bei vertikaler Annäherung an eine zu untersuchende Probenoberfläche;
- Fig. 3B       die Balkenverbiegung bei Verfahren der zu untersuchenden Probenoberfläche relativ zu Kraftfeldspitze;
- Fig. 4A       das Prinzip einer Kombination Pulsed-Force-Mode/Dynamische  
- 4H        Reibung;
- Fig. 5        in schematischer Darstellung die zeitliche Abhängigkeit eines Meßsignals  $f(t)$  zur Veranschaulichung einer dynamischen Reibungsmessung;
- Fig. 6        ein Ablaufdiagramm für eine erfindungsgemäße Messung für die Kombination Pulsed-Force-Mode/Dynamische Reibung gemäß Fig. 4;

- Fig. 7A      das Prinzip einer Kombination Pulsed-Force-Mode/Force  
- 7H      Modulation;
- Fig. 8      ein Ablaufdiagramm für eine erfindungsgemäße Messung für die  
Kombination Pulsed-Force-Mode/Force Modulation gemäß Fig.  
7;
- Fig. 9A      theoretisch berechnete Reibungsamplituden- und  
- 9B      Phasenabhängigkeiten des Cantilevers von den  
Modulationsamplituden  $A_M$  eines Anregungsscherpiezoelements;
- Fig. 10      Meßsignale des neuartigen Rastersondenmikroskops aufgrund  
einer lateralen und vertikalen Verbiegung des Cantilevers  
(Kombination Pulsed Force Mode/Dynamische Reibung);
- Fig. 11      Meßsignale des neuartigen Rastersondenmikroskops aufgrund  
einer vertikalen Verbiegung des Cantilevers (Kombination Pulsed  
Force Mode/Force Modulation);
- Fig. 12A      eine Abbildung der Topographie, der Adhäsion und der Reibung  
- 12D      auf einer Probenoberfläche, untersucht mit einem  
erfindungsgemäßen Rastersondenmikroskop für eine  
Kombination Pulsed Force Mode/Dynamische Reibung; und
- Fig. 13A      eine Abbildung der Topographie, der Adhäsion, der Reibung auf  
- 13D      einer Probenoberfläche, untersucht mit einem  
erfindungsgemäßen Rastersondenmikroskop für eine  
Kombination Pulsed Force Mode/Force Modulation.

Das in Fig. 1 dargestellte Rastersondenmikroskop umfaßt eine Rastersonde 1 mit einem Balken oder Cantilever 3 und einer Meßspitze 5. Die Meßspitze 5 kann beispielsweise aus Silizium oder Siliziumnitrid, beispielsweise  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , hergestellt sein. Die vertikale Verschiebung der Rastersonde 1 wird mit Hilfe eines Piezoelements 7 vorgenommen. Die Messung der Deformation des Balkens 3, die beim vertikalen Verfahren ein Maß für die Adhäsionskräfte ist, wird mittels eines nicht näher dargestellten Laseraufbaus ermittelt. Hierfür wird das Licht 9 einer nicht dargestellten Laserlichtquelle auf den Balken 3 projiziert, von dem es so reflektiert wird, daß der reflektierte Strahl 11 auf eine Meßeinrichtung 13 trifft, die beispielsweise die lichtempfindliche Schicht einer segmentierten Photodiode umfassen kann.

Je nach Stellung des Balkens 3 wird der Lichtstrahl 11 aus der eingezeichneten Null-Position nach oben oder unten bzw. links oder rechts abgelenkt und durch die lichtempfindliche Schicht der Meßeinrichtung 13 in ein elektrisches Signal umgewandelt. Das sich bei einer in horizontalen Richtung erfolgenden Relativbewegung zwischen dem Balken 3 bzw. der Meßspitze 5 und der Probenoberfläche 30 ergebende elektrische Meßsignal, das gemäß Fig. 3B durch eine im wesentlichen seitlich erfolgende Ablenkung des reflektierten Lichtstrahls 11 erzeugt und nachstehend als zweites Meßsignal bezeichnet wird, wird über eine Leitung 15 an einen Lock-In-Verstärker 17 übermittelt, in dem eine Fourier-Transformation durchgeführt und der Realteil und der Imaginärteil des Signals bestimmt wird, aus denen auf die nachstehend noch beschriebene Art und Weise die gewünschte Reibung ermittelt werden kann. Das sich bei einer vertikalen Relativbewegung zwischen der Meßspitze 5 und der Probenoberfläche 30 ergebende elektrische Meßsignal (das sogenannte erste Meßsignal, bei dem der reflektierte Lichtstrahl gemäß Fig. 3A im wesentlichen noch oben oder unten abgelenkt wird), wird zur Bestimmung der Adhäsion über eine nicht dargestellte Leitung

direkt an eine ebenfalls nicht dargestellte Auswerteeinrichtung 112 (siehe Fig. 6) übermittelt.

Es sei bemerkt, daß die Erfassung der Deformation des Balkens 3 durch ein Lichtzeigeprinzip der dargestellten Art nur eine mögliche Detektionsart ist, und daß für Fachleute auf diesem Gebiet prinzipiell auch andere Detektionsmöglichkeiten, wie z.B. kapazitive, interferometrische oder piezoelektrische Detektionsmöglichkeiten, denkbar sind.

Neben der vertikalen Verfahrbarkeit ist am Probentisch 23, der die Probe 25 trägt, erfindungsgemäß ein (nicht dargestelltes) Piezoelement angeordnet, mit dem der Probentisch 23 und damit auch die Probe 25, wie oben bereits erwähnt wurde, zur Ermittlung der statischen und dynamischen Reibung auch lateral verfahren oder angeregt werden kann. Der Meßbalken 3 der Kraftspitze 5 wird bei einer derartigen Messung, wie gestrichen dargestellt, tordiert und/oder verbogen, wobei die auftretende Torsion und/oder Verbiegung ein Maß für die vorhandenen Reibungskräfte ist.

In Fig. 2 ist nochmals das Koordinatensystem verdeutlicht. Dargestellt ist die Meßspitze 5, die bezüglich der Oberfläche 30 verfahren wird. Ein An- und Abheben der Meßspitze 5 und/oder der Probe 25 in Z-Richtung, wie mit dem Pfeil 32 angedeutet, ermöglicht die Adhäsionsmessung an der Stelle 34, ein Verfahren oder Anregen in der Ebene der Probenoberfläche 30 entlang des Pfeils 36 die Messung der statischen und dynamischen Reibung an der eingezeichneten Stelle 34.

In den Figuren 3A und 3B sind die sich ergebenden Meßsignale noch einmal näher dargestellt. Beim vertikalen Verfahren in Z-Richtung zur Messung der Adhäsion wird der Balken 3 gemäß Fig. 3A in Z-Richtung verbogen. Der von einem Laser 36 kommende Lichtstrahl wird von dem Balken 3 reflektiert und



auf der Meßeinrichtung oder Meßsonde 13 im wesentlichen nach oben oder unten abgelenkt, wobei die sich ergebende Ablenkung ein Maß für die Adhäsionskraft ist. In Fig. 3B ist das Meßsignal für eine Reibungsmessung dargestellt, bei der die Rastersonde 1 und die Probe 25 bei einer vertikalen Relativbewegung unterworfen werden. Wiederum wird der Lichtstrahl 9 des Lasers 38 auf den Balken 3 gelenkt und von diesem auf der Meßfläche 13 im wesentlichen nach links oder rechts abgelenkt. Da der Balken 3 durch die Reibung der Meßspitze auf der Oberfläche 30 tordiert und/oder verbogen wird, ist die sich ergebende Ablenkung ein Maß für die Reibungskraft.

Die Figuren 4A - 4H zeigen anhand einer Darstellung der verschiedenen Balken- oder Cantileverdeformationen während einer Periode zur Erfassung der lokalen Materialeigenschaften an einer bestimmten Probenstelle das Prinzip einer Kombination Pulsed-Force-Mode/dynamische Reibung, wobei zur besseren Übersichtlichkeit nur in Fig. 4A Bezugszeichen angegeben sind. Die in den einzelnen Figuren dargestellten Diagramme zeigen hierbei die zeitliche Abhängigkeit der erfaßten Meßsignale, wobei die Kurven 1 und 2 dem Realteil  $x$  bzw. dem Imaginärteil  $y$  des oben bereits erwähnten zweiten Meßsignals auf Grund der lateralen Cantileverdeformation entsprechen, während die Kurve 3 ein typisches Pulsed-Force-Mode-Kraftsignal (erstes Meßsignal) zeigt.

In Fig. 4A ist die Rastersonde 1 noch so weit von der zu untersuchenden Probe 25 entfernt, daß noch keine Wechselwirkung zwischen der Rastersonde 1 und der Probe 25 vorhanden ist. Die erfaßten Meßsignale sind zu diesem Zeitpunkt daher gleich Null.

Bei der in Fig. 4B dargestellten weiteren Annäherung der Rastersonde 1 an die Probe 25 gerät die Rastersonde 1 bzw. die Meßspitze 5 auf Grund der negativen (attraktiven) Kraft zwischen der Rastersonde 1 und der Probe 25 in

Kontakt mit der Probenoberfläche 30. Dies führt zu einem Anschnappeak in dem in Kurve 3 dargestellten Pulsed-Force-Meßsignal (erstes Meßsignal).

Die Rastersonde 1 wird weiter auf die Probe 25 gedrückt, was gemäß Fig. 4C zu einem Anstieg des ersten Meßsignals (Kurve 3) führt. Gleichzeitig wird die Rastersonde 1 auf Grund der horizontalen Modulation horizontal deformiert. Dies führt zur Detektion eines zweiten Meßsignals, das in Realteil und Imaginärteil aufgegliedert dargestellt ist (Kurve 1 bzw. 2).

Die Fig. 4D veranschaulicht, wie die Rastersonde 1 auf die Probe 25 gedrückt wird, bis eine bestimmte Normalkraft, auf die geregelt wird, erreicht ist. Die positive repulsive Kraft erreicht einen maximalen Wert, so daß sowohl das erste Meßsignal (Kurve 3) als auch das zweite Meßsignal (Kurven 1 und 2) einen maximalen Wert annehmen.

In Fig. 4E wird die Rastersonde 1 wieder von der Probe 25 zurückgezogen, so daß die detektierten Meßsignale kleiner werden.

Bei einem weiteren Zurückziehen der Rastersonde 1 von der Probenoberfläche 30 werden die Meß- bzw. Kraftsignale noch kleiner (siehe Fig. 4F) und man gerät wieder in den attraktiven Bereich auf Grund der adhäsiven Wechselwirkung zwischen der Meßspitze 5 und der Probe 25.

Figur 4G veranschaulicht, wie die Meßspitze 5 noch an der Probe 25 kleben bleibt und wie die zur Trennung der Meßspitze 5 von der Probe 25 benötigte negative Kraft, die hier als Adhäsionskraft bezeichnet wird, maximal wird.

Bei einem weiteren Wegziehen der Meßspitze 5 von der Probenoberfläche 30 gerät die Meßspitze 5 schließlich außer Kontakt mit der Probenoberfläche 30

und schwingt aus, was sich durch ein Ausschwingen im Pulsed-Force-Mode-Meßsignal 3 bemerkbar macht (siehe Fig. 4H). Eine neue Periode beginnt.

Fig. 5 veranschaulicht das Prinzip einer dynamischen Reibungsmessung. In jeder Modulationsperiode wird eine komplette Reibungsschleife ausgeführt. Bei einer gewissen Auslenkung kann die Meßspitze 5 des Kraftmikroskops der Anregungsmodulation folgen, man befindet sich im Haftreibungsbereich. Bei einer weiteren Erhöhung der Modulationsamplitude kann die Meßspitze 5 des Kraftmikroskops der Auslenkung nicht mehr folgen und es setzt Gleitreibung ein, die detektierte Amplitude wird kleiner.

Die Figur 6 zeigt ein Verfahrensdiagramm für die in Fig. 4 bereits dargestellte Kombination aus Pulsed-Force-Mode und dynamische Reibung, die eine gleichzeitige Messung der Adhäsion und Reibung bzw. Elastizität ermöglicht. Zunächst wird die Rastersonde 1 mit Hilfe einer Steuerungseinrichtung 100 an eine vorbestimmte Probenstelle X, Y verfahren. Sodann wird mit Hilfe eines Funktionsgenerators 102 eine periodische Modulationsspannung generiert, die eine periodische vertikale Bewegung der Rastersonde 1 mit einer Frequenz von zumindest 10 Hz, insbesondere jedoch 500 Hz - 2 kHz, und einer Amplitude von zumindest 1 nm, insbesondere jedoch 10 - 500 nm, zur Folge hat. Zusätzlich zur vertikal-periodischen Bewegung wird mit Hilfe eines Funktionsgenerators 104 die Probe 25 periodisch lateral verfahren, wobei die Frequenz zumindest 500 Hz, insbesondere 10 - 100 kHz, und die Amplitude zumindest 0,1 nm, insbesondere jedoch 1 - 30 nm beträgt. Hierfür wird ein Modulationspiezoelement 106 verwendet. Die oben bereits dargestellte Detektoreinrichtung 108, die sowohl die vertikale Deformation wie die Tordierung und/oder Verbiegung der Rastersonde 1 erfaßt, liefert über eine Leitung 109 an einen Lock-In-Verstärker 110 das oben beschriebene zweite Meßsignal, das einer Fourier-Transformation unterworfen und in Realteil x und Imaginärteil y der Deformation der Rastersonde aufgespalten wird.

Bei einer ebenfalls möglichen Kombination Pulsed-Force-Mode/Force-Modulation, für die in Fig. 8 ein entsprechendes Ablaufdiagramm dargestellt ist, wird die Rastersonde 1 zunächst ebenfalls mit Hilfe der Steuerungseinrichtung 100 an eine vorbestimmte Probenstelle x, y verfahren. Sodann wird mit Hilfe des Funktionsgenerators 102 wiederum eine periodische Modulationsspannung generiert, die eine periodisch vertikale Bewegung der Rastersonde 1 mit einer Frequenz von zumindest 10 Hz, insbesondere jedoch 500 Hz - 2 kHz, und einer Amplitude von zumindest 1 nm, insbesondere jedoch 10 - 500 nm, zur Folge hat. Diese Schwingung wird mit einer zweiten Frequenz von zumindest 1 kHz, insbesondere 5 kHz - 1 MHz und einer zweiten Amplitude von zumindest 0,1 nm, insbesondere 1 - 10 nm moduliert. Die oben bereits erwähnte Detektoreinrichtung 108, die die vertikale Deformation der Rastersonde 1 erfaßt, liefert über die Leitung 109 im Unterschied zur obigen Verfahrensvariante das die vertikale Deformation der Rastersonde 1 charakterisierende zweite Meßsignal zur Bestimmung des Real- und Imaginärteils des Meßsignals mittels einer Fourier-Transformation.

Eine zu Fig. 4 analoge Darstellung des Prinzips einer solchen Messung ist Fig. 7 zu entnehmen, wobei jedoch im Unterschied zu Fig. 4 die Probe 25 nicht lateral sondern vertikal moduliert wird. Es sei darauf hingewiesen, daß die erwähnten Verfahrensvarianten, d.h. die Kombination Pulsed-Force-Mode/Dynamische Reibung und Pulsed Force Mode/Force Modulation, auch miteinander kombinierbar sind.

Bei der oben beschriebenen Kombination Pulsed-Force-Mode/Dynamische Reibung wird aus dem Real- und Imaginärteil x bzw. y des erfaßten lateralen Kraftsignals wird mittels einer Bildbearbeitungseinrichtung 118 die Reibungsamplitude  $r = (x^2 + y^2)^{1/2}$  und die Phasenverschiebung  $\phi = \arctan (x/y)$

des Cantilevers 3 bezüglich der Modulationsamplitude des Scherpiezoelementes berechnet.

Entsprechende Abhängigkeiten sind in den Figuren 9A und 9B dargestellt. Fig. 9A zeigt anhand der Abhängigkeit der detektierten Amplitude von der Modulationsamplitude  $A_M$  ein sich ergebendes Amplituden - Amplituden - Spektrum (AAS), während die Fig. 9B ein sich ergebendes Amplituden - Phasen - Spektrum (APS) mit der Abhängigkeit der detektierten Phase von der Modulationsamplitude  $A_M$  zeigt. Für sehr hohe Modulations- oder Anregungsamplituden  $A_M$  gilt

$$\lim_{A_M \rightarrow \infty} r = 4 \cdot F_G / \pi.$$

Im Phasenspektrum APS ist im Gleitreibungsbereich je nach q-Faktor ( $q = F_G / F_H$ ) eine deutliche Phasenverschiebung zu erwarten, wobei  $F_G$  die Gleitreibung und  $F_H$  die Haftreibung ist.

Die Reibungskoeffizienten  $\mu$  werden über  $\mu = F_G / F_N$  ermittelt, wobei man die Normalkraft  $F_N$  aus dem kalibrierten Pulsed-Force-Mode-Meßsignal erhält, auf das geregelt wird. Analoges gilt für das APS.

Führt man dynamische Reibungsmessungen mit konstanten Modulationsamplituden  $A_M$  durch, so können den qualitativen Reibungs- und Phasenkontrasten mittels AAS bzw. APS quantitative Reibungswerte und Phasenverschiebungen zugeordnet werden.

Die aufgenommenen ersten Meßsignale werden über eine Leitung 111 direkt an die Auswerteeinrichtung 112 übermittelt.

Aus den aufgenommenen Kraftsignalen werden durch die Auswerteinrichtung 112 mittels eines Mikrocomputers mit einem geeigneten Rechnerprogramm auch die Adhäsion 114 und die Elastizität 116 bestimmt.

Wurde dies für eine bestimmte XY-Stelle der Probe durchgeführt, so wird mit Hilfe der Steuerungseinrichtung 100 die Rastersonde 1 an eine andere Stelle X, Y der Probenoberfläche 30 verfahren. An dieser Stelle wird die zuvor beschriebene Messung wiederholt. Wie oben bereits beschrieben wurde, wird auf diese Art und Weise die komplette Probe 25 abgerastert, wobei man neben der Topographie ein vollständiges Bild der Adhäsion, der Reibung und der Elastizität auf der Probenoberfläche 30 erhält.

Die vertikale und/oder horizontale Modulation kann nicht nur durch ein unter der Probe 25 angebrachtes Scherpiezoelement, sondern beispielsweise auch durch ein Scanpiezoelement erzeugt werden.

In Fig. 10 sind die an einer vorbestimmten Probenstelle detektierten Meßsignale auf Grund der lateralen und vertikalen Verbiegung und/oder Tordierung des Balkens oder Cantilevers 3 dargestellt, die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren durch eine Kombination Pulsed Force Mode/Dynamische Reibung erhalten wurden. Nach einer elektronischen Bearbeitung und der Auslesung bestimmter charakteristischer Meßwerte lassen sich aus diesen Meßsignalen auf die beschriebene Art und Weise die gewünschten probenspezifischen Eigenschaften bestimmen. Die Kurve 200 zeigt den von dem Lock-In-Verstärker 110 ausgegebenen Realteil  $x$  eines aufgenommenen zweiten Meßsignals auf Grund der lateralen Deformation des Cantilevers, während die Kurve 202 den Imaginärteil dieses Meßsignals darstellt. Die Kurve 204 zeigt das detektierte Pulsed-Force-Meßsignal (das Meßsignal 1) auf Grund der vertikalen Verbiegung des Cantilevers 3.

Fig. 11 zeigt eine entsprechende Darstellung für eine Kombination Pulsed Force Mode/Force Modulation.

In Fig. 12 sind mit dem erfindungsgemäßen Verfahren aufgenommene Bilder einer Probenoberfläche 30 dargestellt, wobei die horizontale Anregungsfrequenz der Probe 93 kHz und die vertikale Anregungsfrequenz der Sonde 1 kHz beträgt. Fig. 12A zeigt die Probentopographie, die aus einer Kraftregelung erhalten wird, Fig. 12B die Adhäsion auf der Probenoberfläche 30 und Fig. 12C die Reibungsamplitude auf der Probenoberfläche 30. In Fig. 12D schließlich ist die Phase des Meßsignales dargestellt.

Fig. 13 zeigt eine entsprechende Darstellung für eine Kombination Pulsed Force Mode/Force Modulation, wobei die vertikale Anregungsfrequenz der Probe 230 kHz und die vertikale Anregungsfrequenz der Sonde 1 kHz beträgt.

Mit der vorliegenden Erfindung wird erstmals ein Meßverfahren zur gleichzeitigen Bestimmung der Adhäsion, der Reibung und weiterer Materialeigenschaften, insbesondere die Elastizität und Steifigkeit, und eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens vorgestellt, mit deren Hilfe die Abbildung gesamter Probenoberflächen im atomaren Maßstab möglich ist.

Eine Kombination Pulsed-Force-Mode/Dynamische Reibung ermöglicht hierbei insbesondere eine gleichzeitige Messung der Adhäsion, der Reibung und weiterer Materialeigenschaften, während durch eine Kombination Pulsed-Force-Mode/Force-Modulation neben der Adhäsion gleichzeitig auch noch elastische Materialeigenschaften und gegebenenfalls auch noch andere Materialeigenschaften bestimmbar sind. Eine Kombination dieser beiden Verfahrensvarianten ermöglicht sogar die gleichzeitige Messung aller genannten Materialeigenschaften.

## Patentansprüche

1. Rastersondenmikroskop zur Untersuchung von Probenoberflächen mit:
  - einer Rastersonde (1);
  - einer Halteeinrichtung (23) für eine Probe (25) mit der zu untersuchenden Probenoberfläche (30);
  - einer Einrichtung zum Verfahren der Rastersonde (1) bezüglich der Probenoberfläche (30); und
  - einer Einrichtung zur Erfassung der Bewegung der Rastersonde (1);

dadurch gekennzeichnet,

daß das Rastersondenmikroskop des weiteren eine Einrichtung zum Verfahren der Probe (25), eine Einrichtung zur Erfassung der Probenbewegung und eine Einrichtung zur Erfassung der vertikalen und/oder lateralen Deformation der Rastersonde (1) umfaßt, wobei die Rastersonde (1) und die Probenoberfläche (30) durch die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) so in Kontakt bringbar sind oder in Kontakt gebracht werden, daß sie auf bestimmte Art und Weise miteinander wechselwirken.

2. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) zumindest ein erstes Piezoelement umfassen.

3. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 2,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß jede der genannten Einrichtungen zumindest ein Piezoelement umfaßt.



4. Rastersondenmikroskop nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtungen zum Verfahren der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) periodisch angeregt bzw. moduliert werden.
5. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Anregung parallel oder senkrecht zur Abtast- oder Scanrichtung erfolgt.
6. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß eine Vertikalbewegung der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) mit einer ersten Frequenz von zumindest 10 Hz und einer ersten Amplitude von zumindest 1 nm angeregt wird.
7. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Frequenz 500 Hz - 2 kHz und die Amplitude 10 - 500 nm beträgt.
8. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Vertikalbewegung der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) zusätzlich zumindest mit einer zweiten Frequenz von zumindest 1 kHz und einer zweiten Amplitude von zumindest 0,1 nm angeregt oder moduliert wird.
9. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet,

daß die Frequenz 5 kHz - 1 Mhz und die Amplitude 1 - 10 nm beträgt.

10. Rastersondenmikroskop nach einem der Ansprüche 4 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß eine Horizontalbewegung der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) mit einer Frequenz von zumindest 500 Hz und einer Amplitude von zumindest 0,1 nm angeregt wird.
11. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Frequenz 10 - 100 kHz und die Amplitude 1 - 30 nm beträgt.
12. Rastersondenmikroskop nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch eine Auswerteeinrichtung (17) zur gleichzeitigen Bestimmung zumindest zweier Materialeigenschaften, umfassend die Adhäsion, die statische und dynamische Reibung, die Oberflächentopographie sowie die Elastizität und Steifigkeit, durch Auswertung der erfaßten Deformation der Rastersonde (1).
13. Rastersondenmikroskop nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Auswerteeinrichtung einen Lock-In-Verstärker (17) und/oder einen Mikrocomputer (112) umfaßt.
14. Rastersondenmikroskop nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Rastersonde (1) eine Spitze (5) eines Kraftmikroskops und/oder eines optischen Nahfeldmikroskops ist.

15. Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung zumindest zweier Materialeigenschaften, umfassend die Adhäsion, die statische und dynamische Reibung, die Oberflächentopographie sowie die Elastizität und Steifigkeit einer zu untersuchenden Probenoberfläche (25), mittels eines eine Rastersonde (1) umfassenden Rastersondenmikroskops mit folgenden Verfahrensschritten:
  - 15.1 Verfahren der Rastersonde (1) und/oder der Probe (25) mit der zu untersuchenden Probenoberfläche (30) bis die Rastersonde (1) an einer zu untersuchenden vorbestimmten Stelle (34) der Probenoberfläche (30) auf bestimmte Art und Weise mit der Probenoberfläche (30) wechselwirkt, wobei die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) einer vertikalen Schwingung unterworfen wird;
  - 15.2 Aufnehmen eines die Deformation der Rastersonde (1) charakterisierenden ersten Meßsignals;
  - 15.3 Aufnehmen eines die Deformation der Rastersonde (1) charakterisierenden zweiten Meßsignals, wobei die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) einer horizontalen und/oder vertikalen Schwingung unterworfen wird;
  - 15.4 Bestimmung der gewünschten Materialeigenschaften aus den beiden Meßsignalen; und
  - 15.5 Abtasten des zu untersuchenden Bereichs der Probenoberfläche (30) durch Rückkehr zu dem Verfahrensschritt 15.1.
16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) einer periodischen Schwingung unterworfen wird.

17. Verfahren nach Anspruch 16,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Schwingungsrichtung senkrecht oder parallel zur Abtast- oder Scanrichtung gewählt wird.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 17,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die vertikale Schwingung oder die vertikalen Schwingungen eine Frequenz von zumindest 10 Hz und eine Amplitude von zumindest 1 nm besitzen.
19. Verfahren nach Anspruch 18,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Frequenz 500 Hz - 2 kHz und die Amplitude 10 - 500 nm beträgt.
20. Verfahren nach Anspruch 18 oder 19,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß der oder den vertikalen Schwingungen zumindest eine zweite Schwingung mit einer Frequenz von zumindest 1 kHz und einer Amplitude von zumindest 0,1 nm überlagert wird.
21. Verfahren nach Anspruch 20,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Frequenz 5 kHz - 1 Mhz und die Amplitude 1 - 10 nm beträgt.
22. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 21,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die horizontale Schwingung eine Frequenz von zumindest 500 Hz und eine Amplitude von zumindest 0,1 nm besitzt.

23. Verfahren nach Anspruch 22,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Frequenz 10 - 100 kHz und die Amplitude 1 - 30 nm beträgt.
24. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 23,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Rastersonde (1) mit einer bestimmten Normalkraft mit der  
Probenoberfläche (30) in Kontakt gebracht wird.
25. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 24,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß zur Auswertung der Meßsignale ein Lock-In-Verstärker (17, 110)  
und/oder ein Mikrocomputer (112) verwendet wird.
26. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 25,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß als Rastersonde (1) die Spitze eines Kraftmikroskops und/oder  
eines optischen Nahfeldmikroskops verwendet wird.
27. Verfahren nach Anspruch 26,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Spitze des Kraftmikroskops und die Spitze des optischen  
Nahfeldmikroskops in einer gemeinsamen Rastersonde (1) integriert  
sind.
28. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 27,  
dadurch gekennzeichnet,

daß die Rastersonde (1) und/oder die Probe (25) gleichzeitig zumindest einer vertikalen und zumindest einer horizontalen Schwingung unterworfen werden.

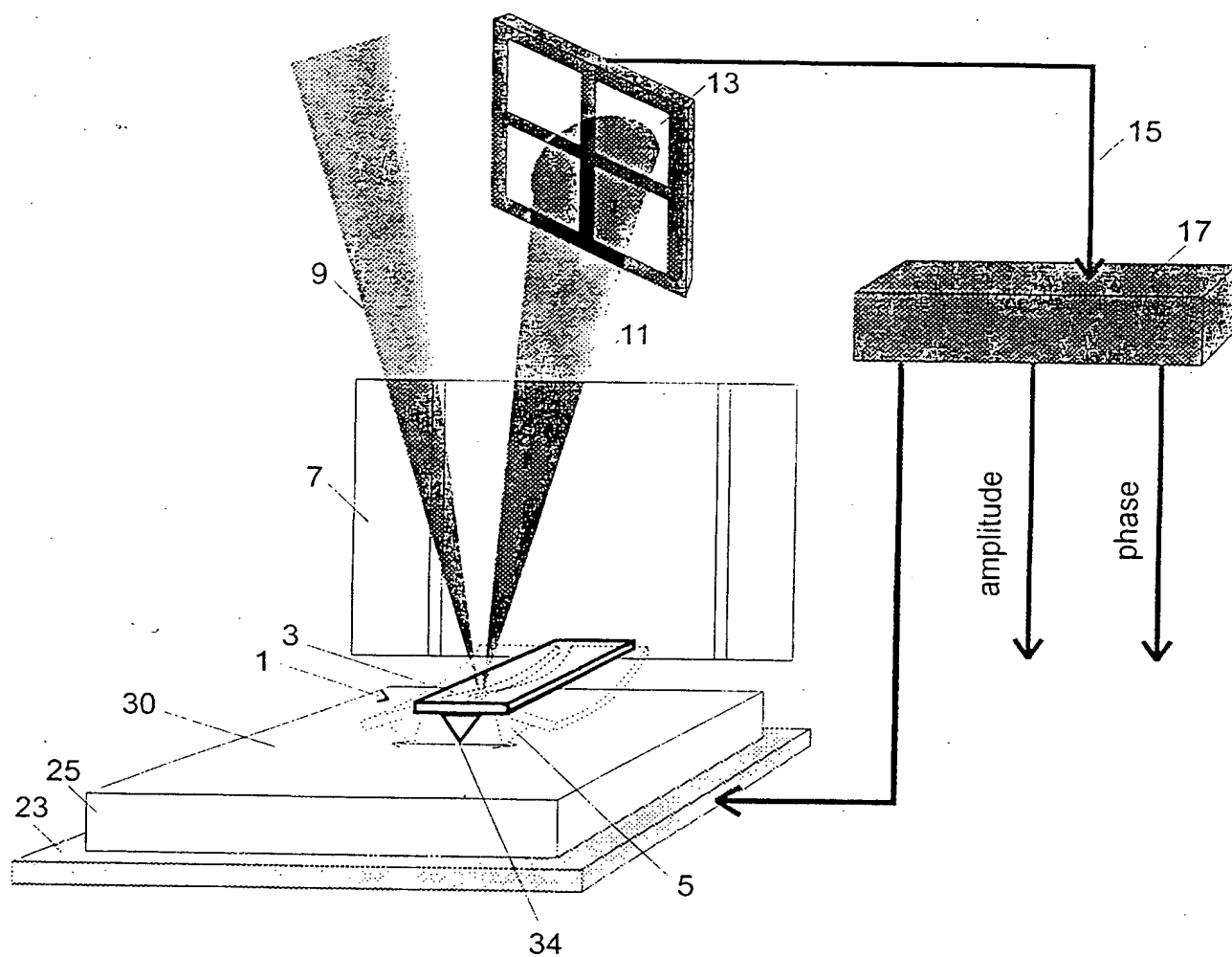


Fig. 1

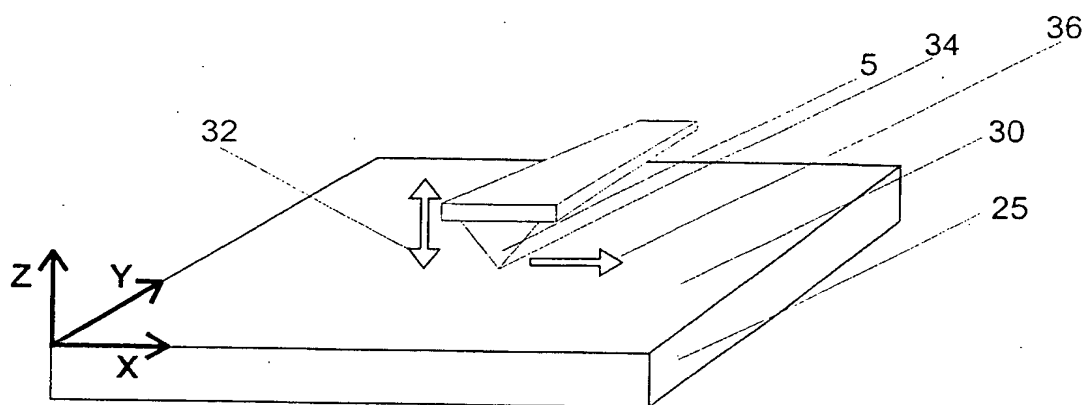


Fig. 2

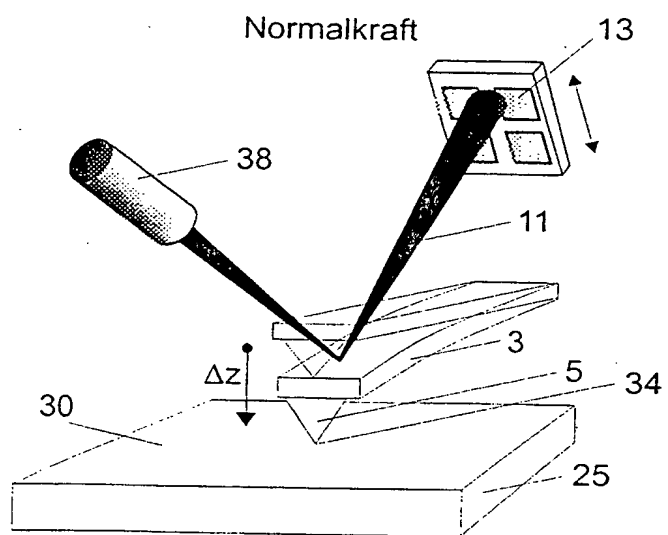


Fig. 3A

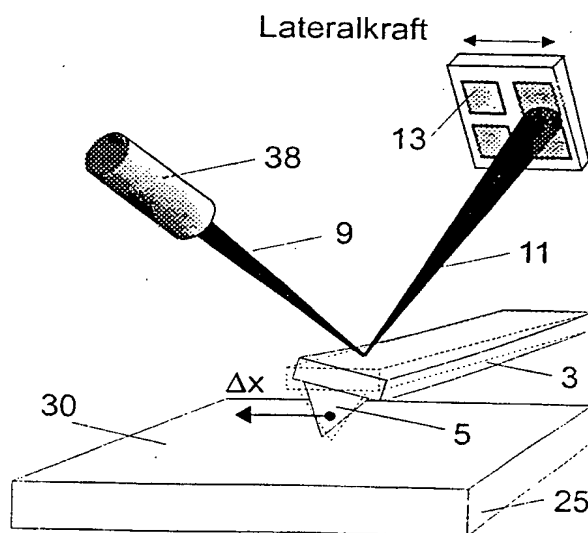
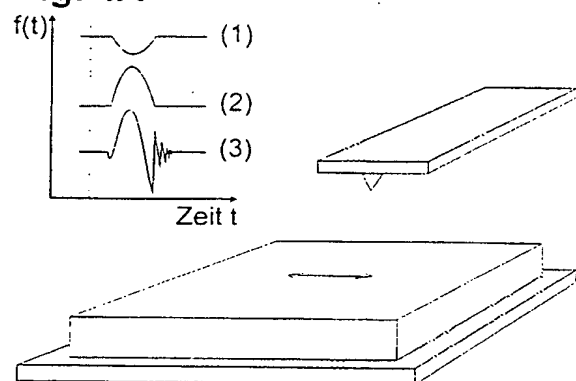
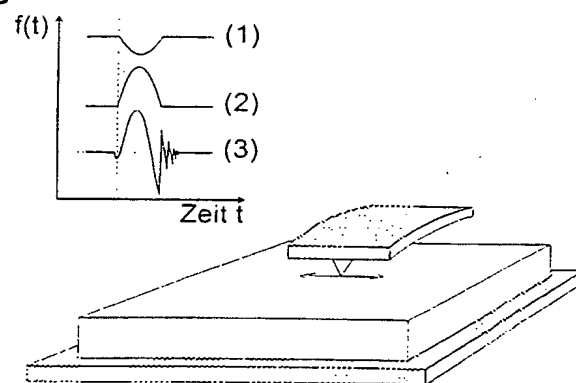
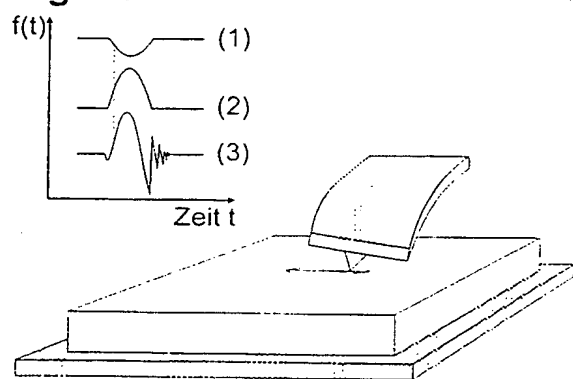
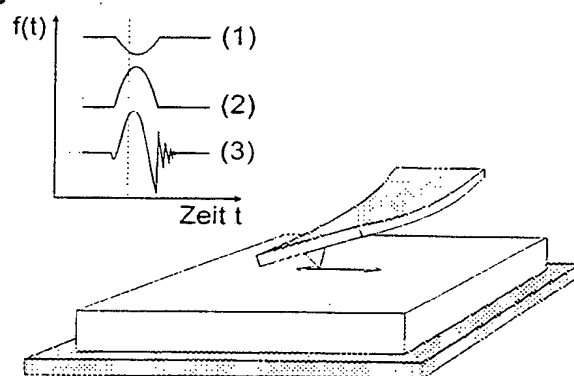
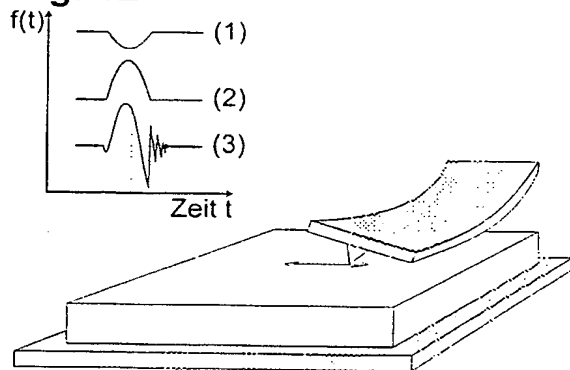
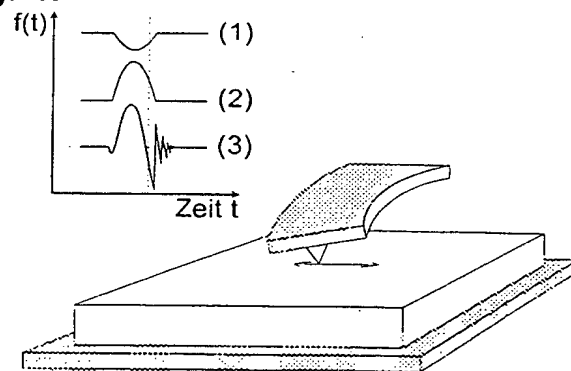
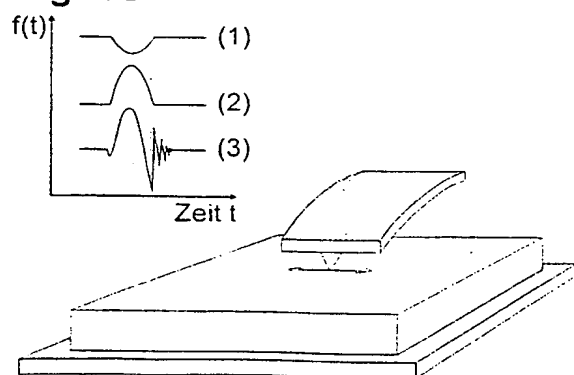
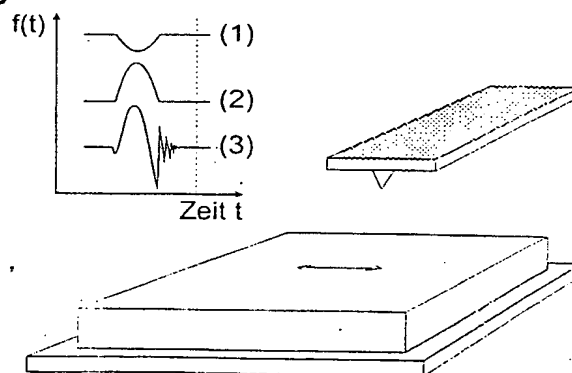


Fig. 3B



**Fig. 4A****Fig. 4B****Fig. 4C****Fig. 4D****Fig. 4E****Fig. 4F****Fig. 4G****Fig. 4H**

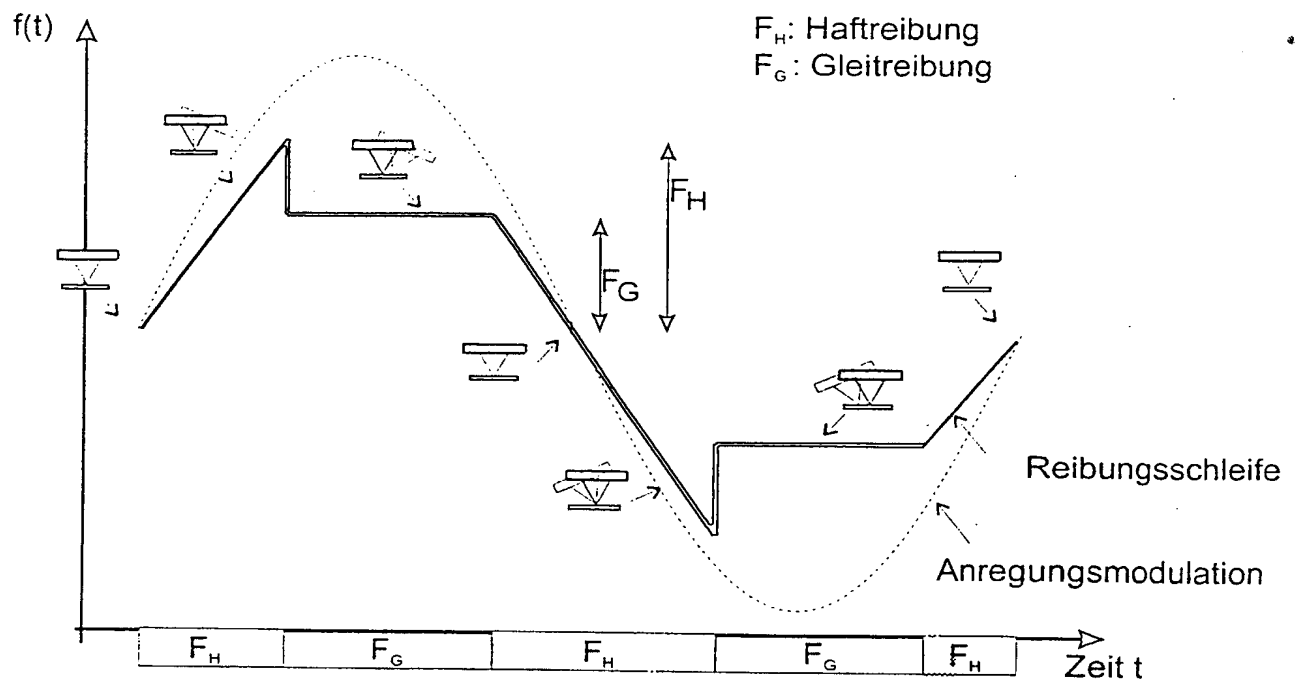


Fig. 5

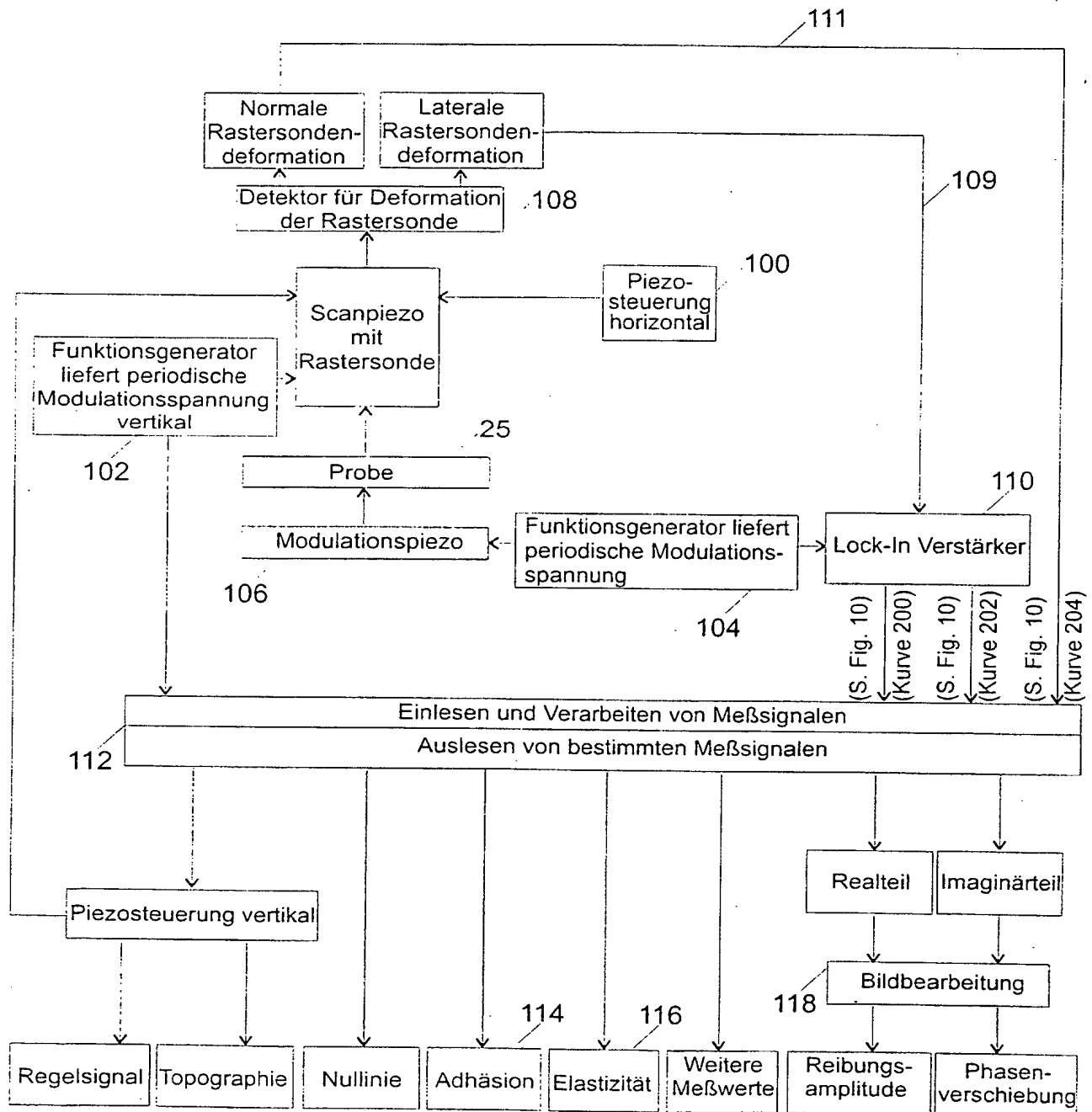


Fig. 6

Fig. 7A

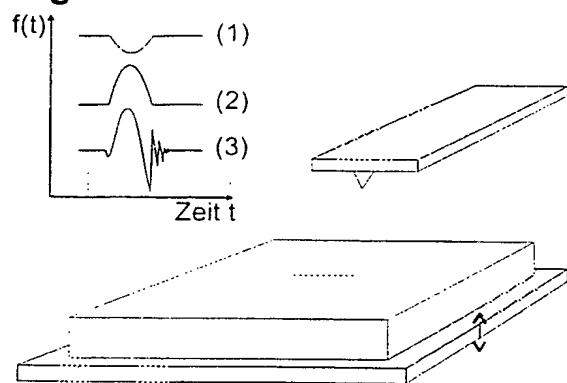


Fig. 7B

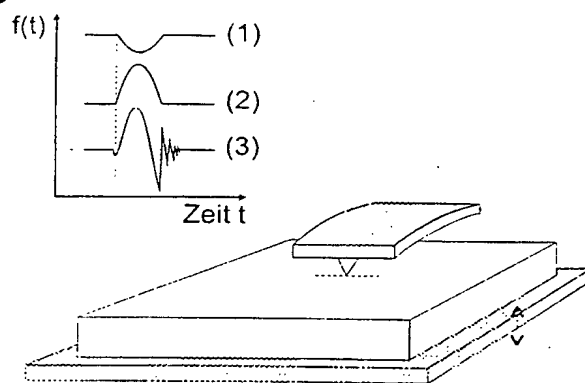


Fig. 7C

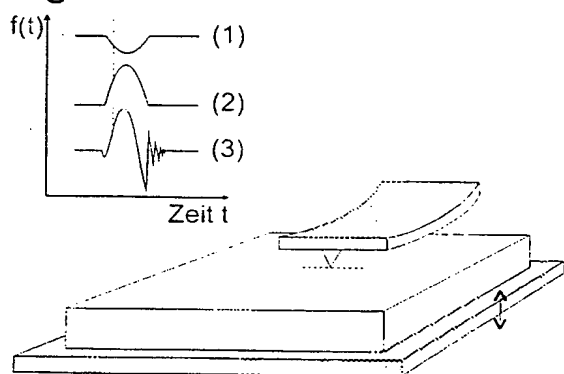


Fig. 7D

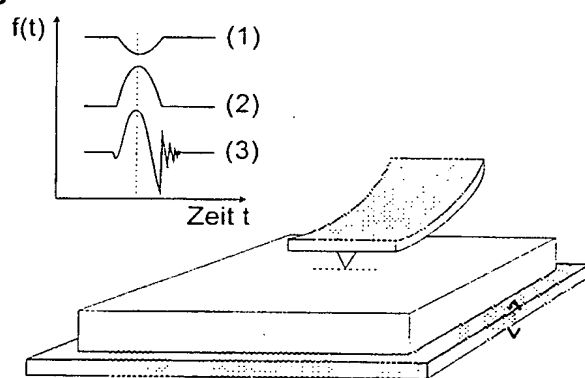


Fig. 7E

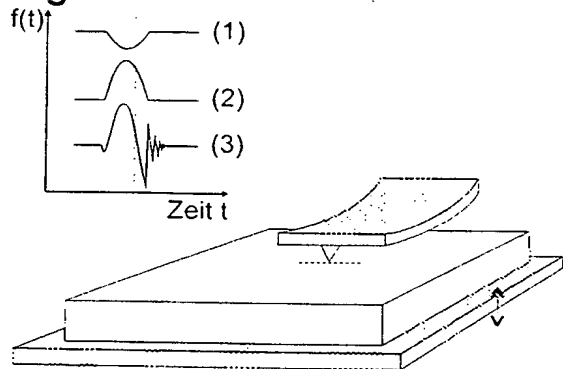


Fig. 7F

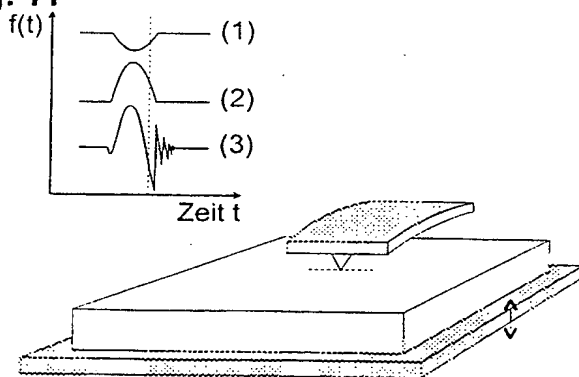


Fig. 7G

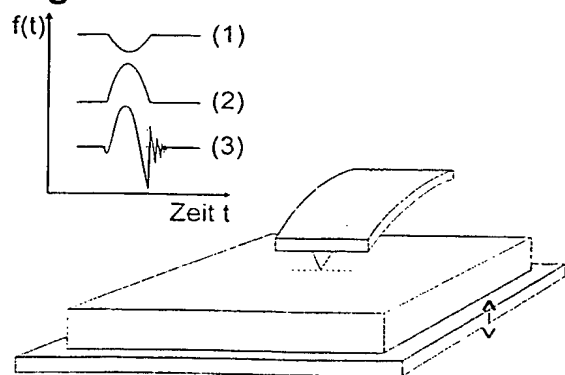
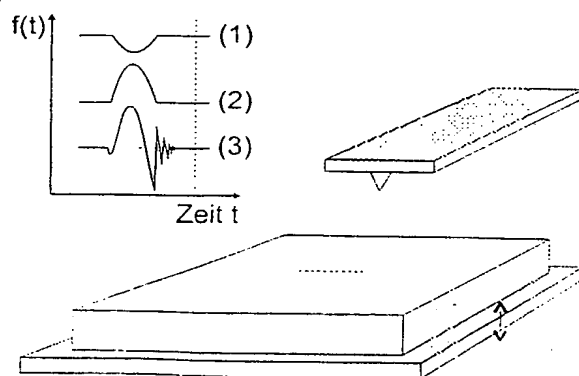


Fig. 7H



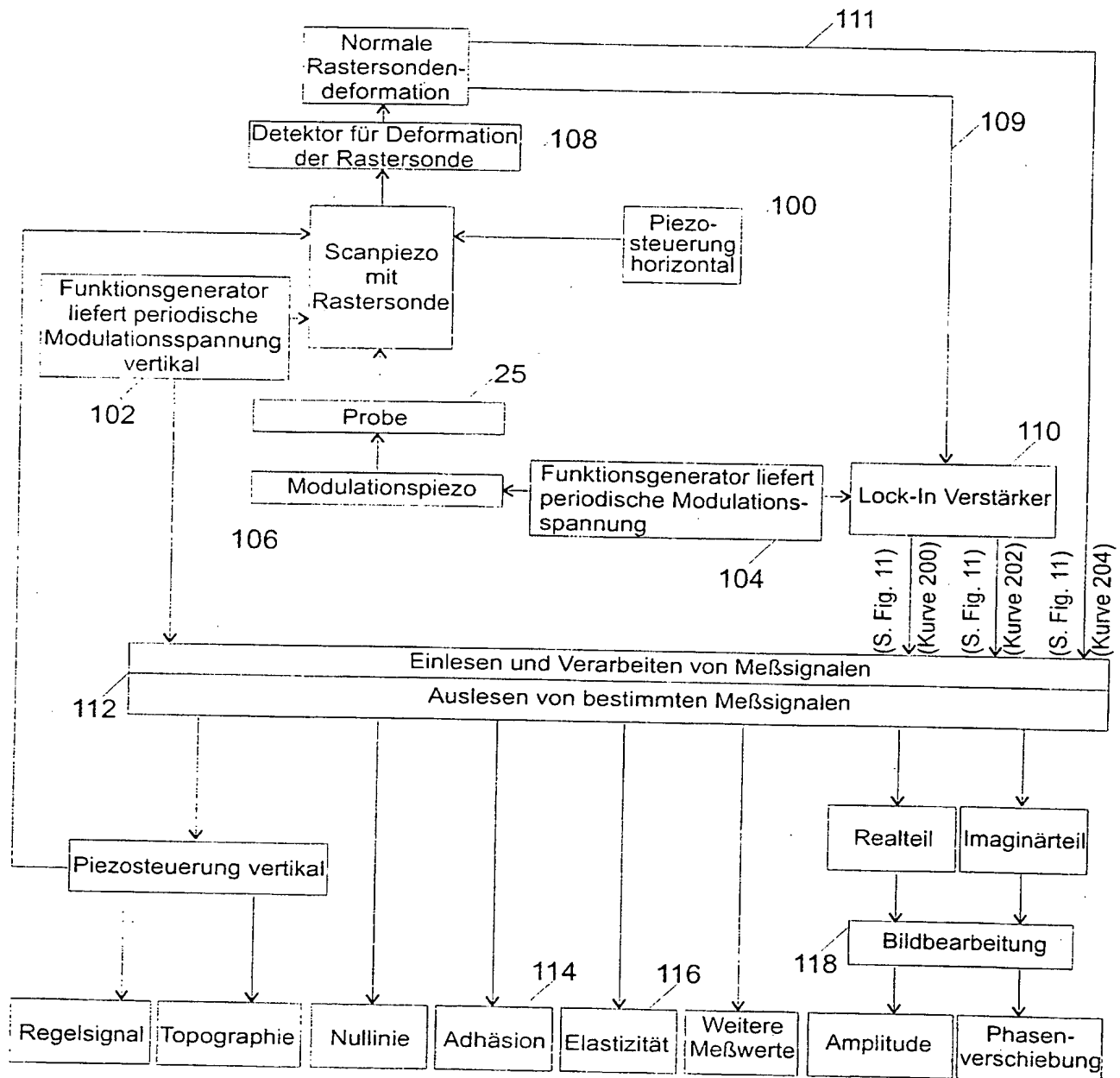


Fig. 8

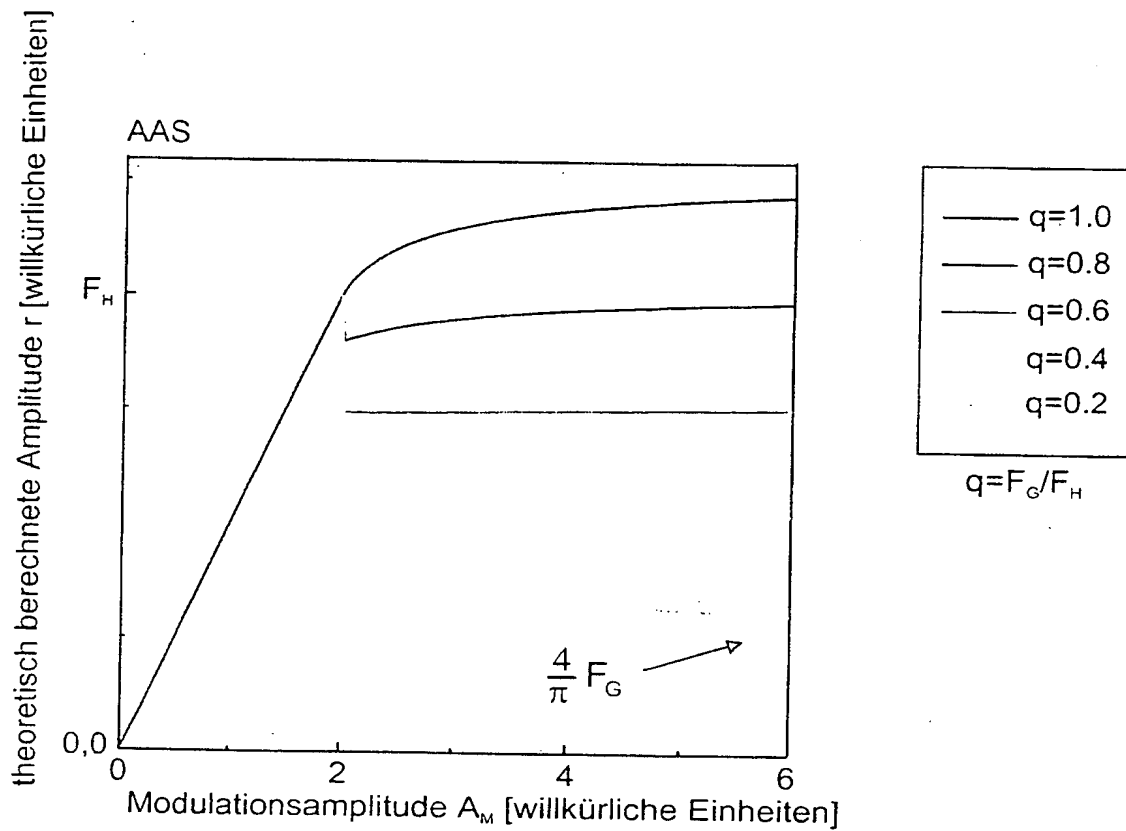


Fig. 9A

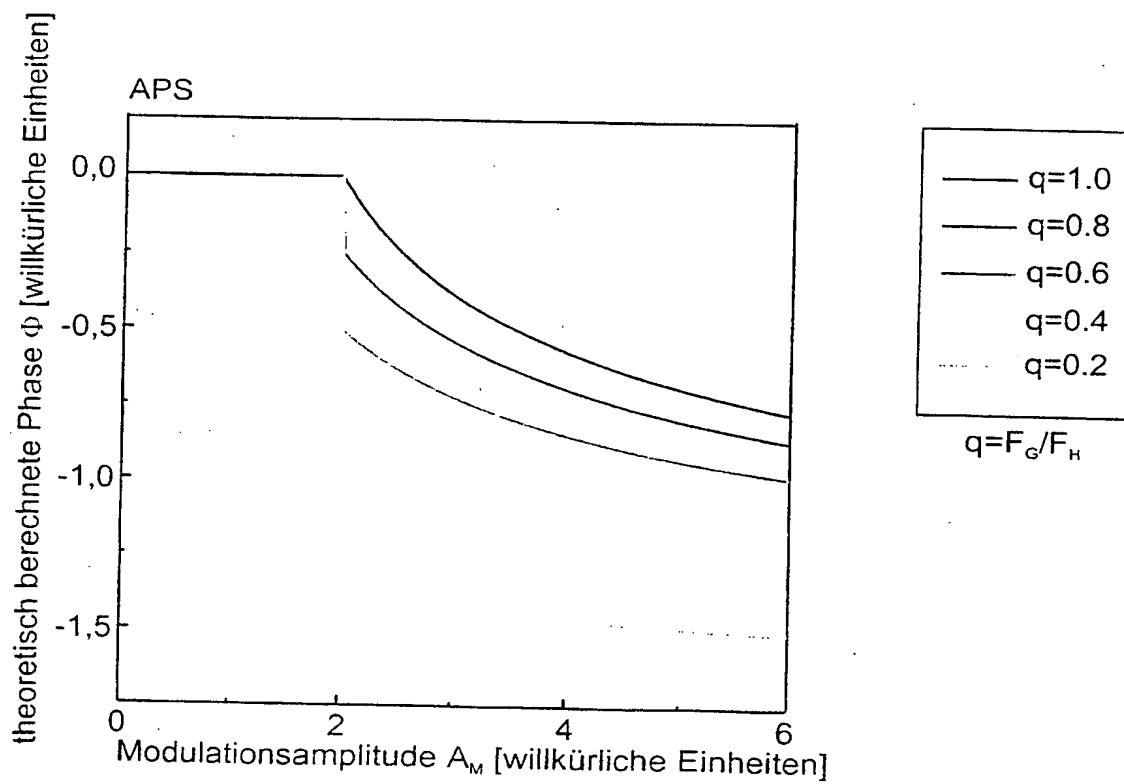
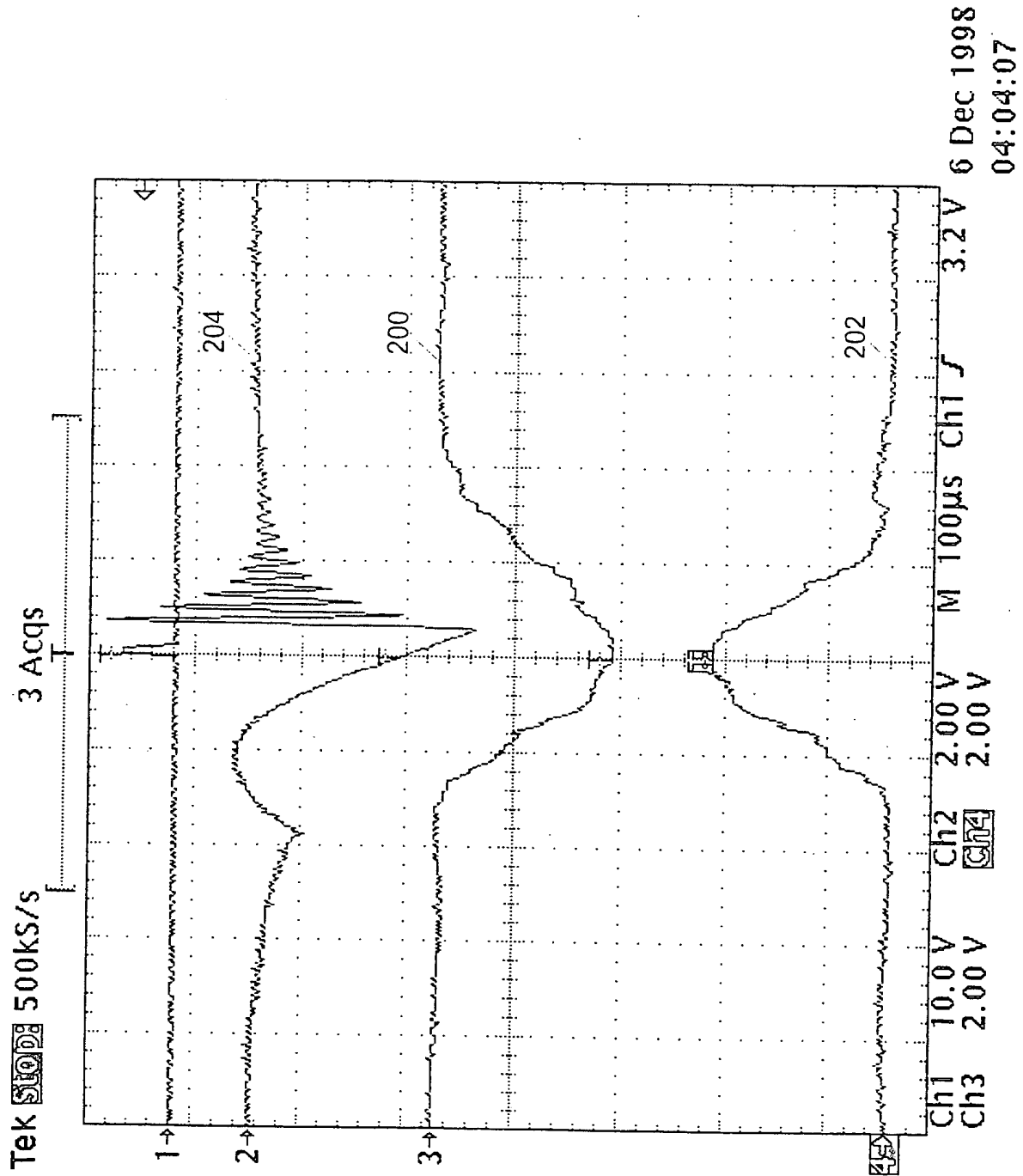


Fig. 9B



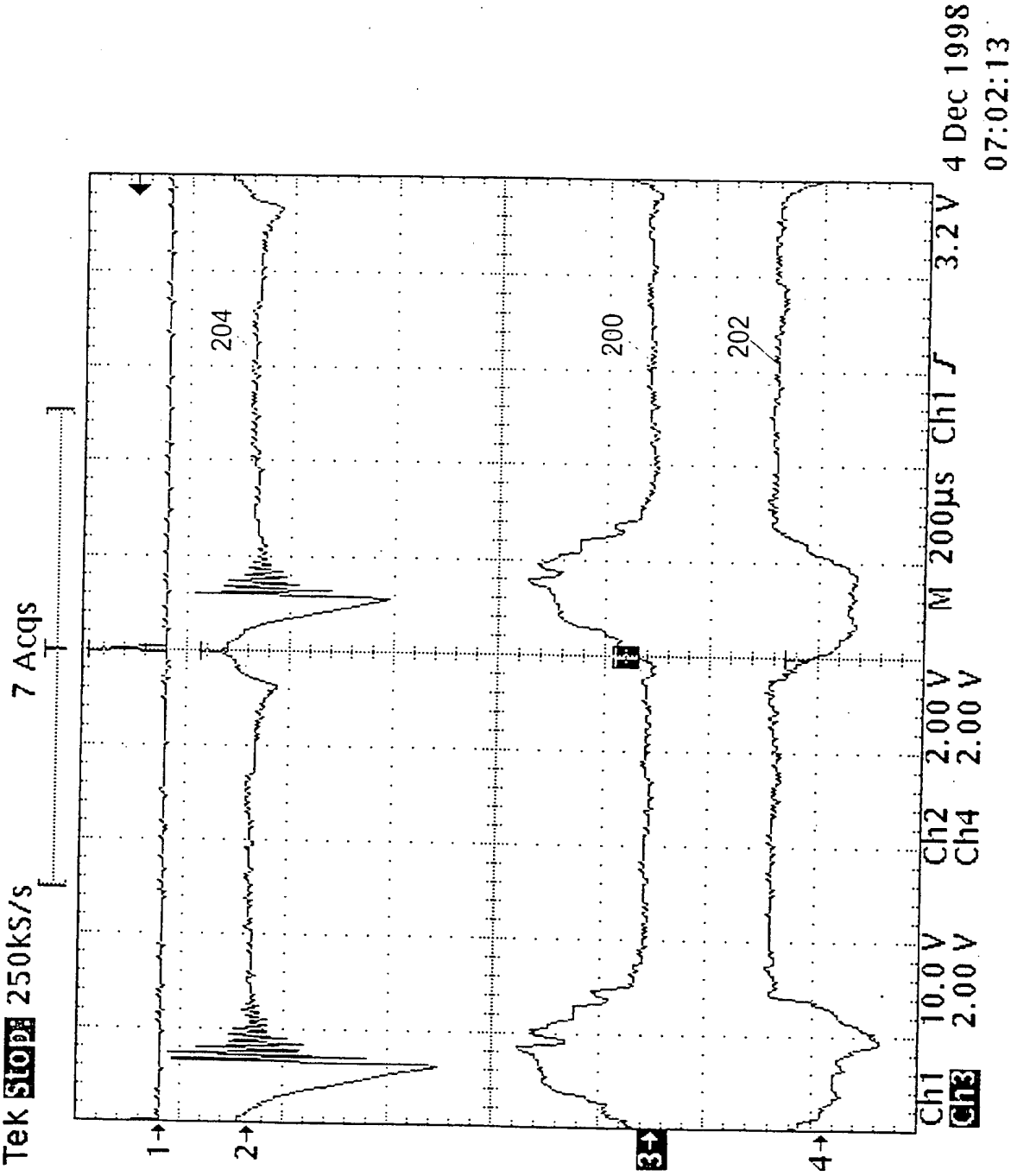


Fig. 11



Polymerprobe, Bildgröße 25  $\mu\text{m}^2$ ,  
93kHz / 1kHz

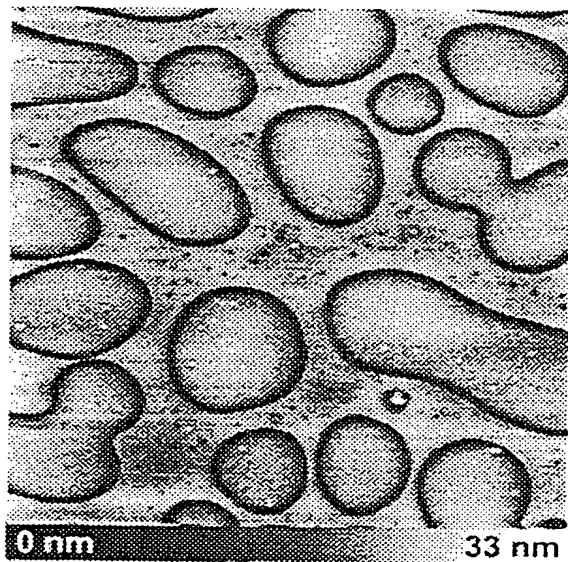


Fig.12A

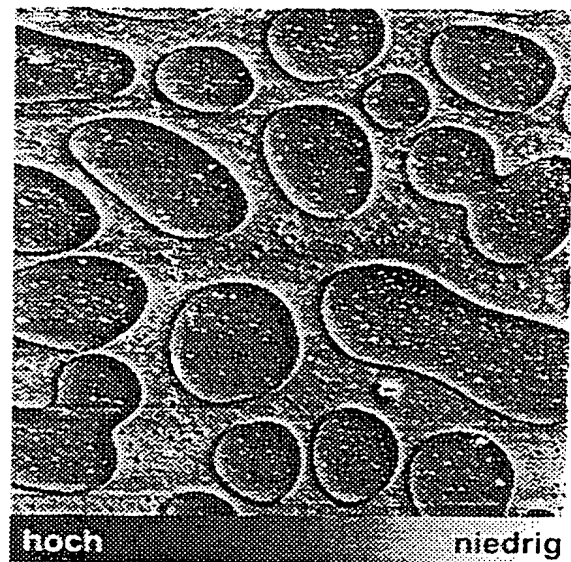


Fig.12B

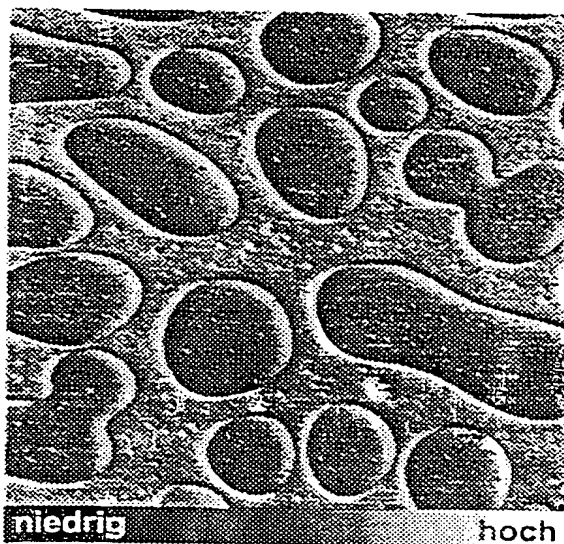


Fig.12C

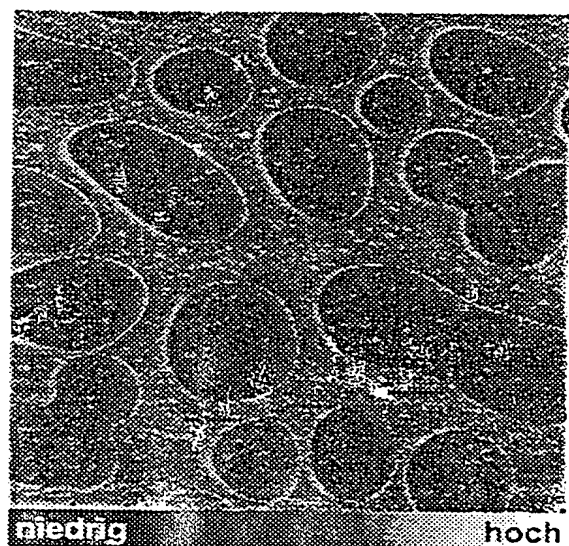


Fig.12D

Polymerprobe, Bildgröße 25  $\mu\text{m}^2$ ,  
230kHz / 1kHz

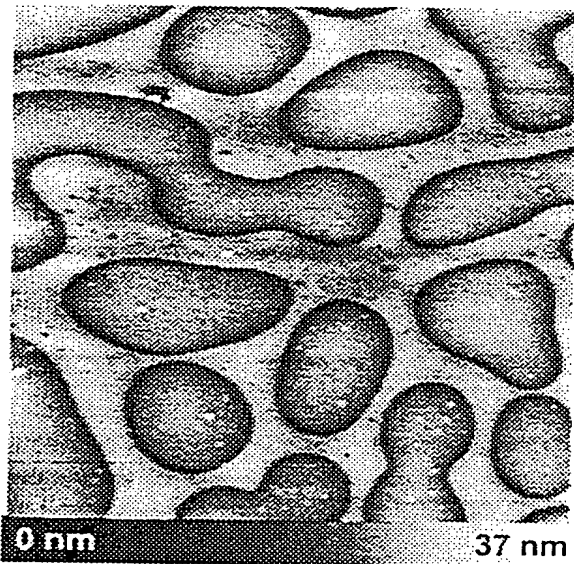


Fig.13A

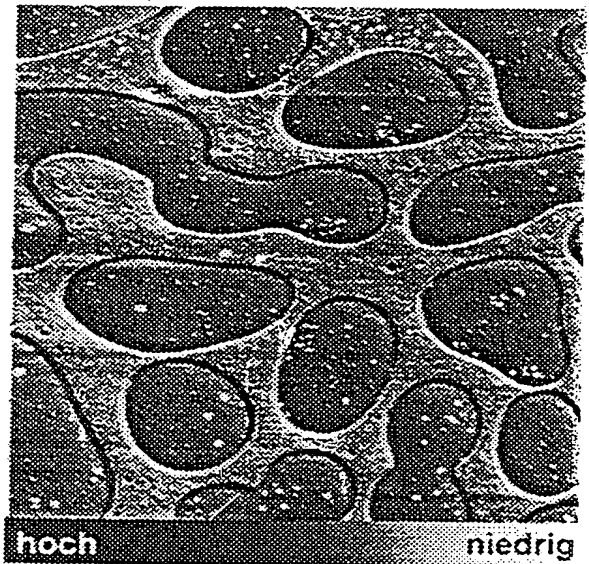


Fig.13B

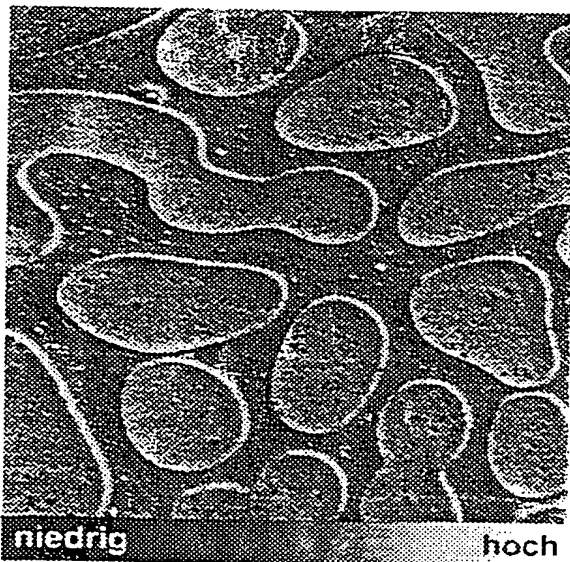


Fig.13C

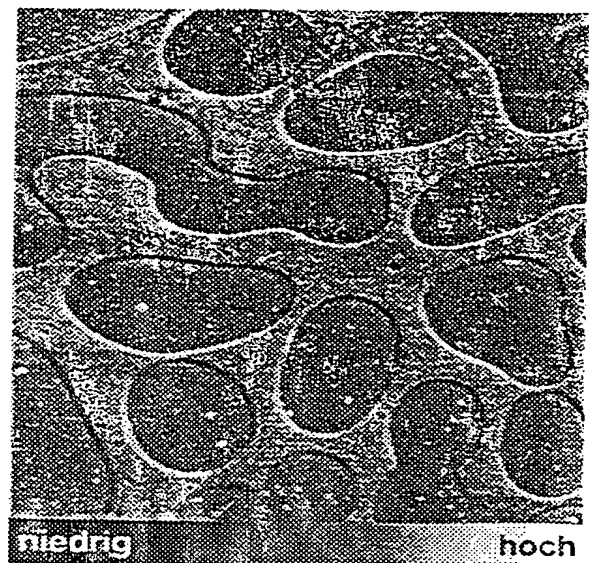


Fig.13D

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/DE 00/00003

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
 IPC 7 G01N13/16 G01N19/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 G01N G01B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>KOLESKE D D ET AL: "DESIGN AND CALIBRATION OF A SCANNING FORCE MICROSCOPE FOR FRICTION, ADHESION, AND CONTACT POTENTIAL STUDIES" REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS, US, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, vol. 66, no. 9, 1 September 1995 (1995-09-01), pages 4566-4574, XP000528719 ISSN: 0034-6748 page 4566, right-hand column, last paragraph -page 4573, left-hand column, paragraph 1; figures 1,3</p> <p style="text-align: center;">-/--</p>	1-3

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

**\* Special categories of cited documents:**

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

7 June 2000

Date of mailing of the international search report

16/06/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Müller, T

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter national Application No  
PCT/DE 00/00003

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, X	EP 0 896 201 A (SEIKO INSTR INC) 10 February 1999 (1999-02-10) column 4, line 9 -column 9, line 34; figures 1,3	1-6,8
A	US 5 763 768 A (PORTER MARC D ET AL) 9 June 1998 (1998-06-09) column 1, line 53 -column 2, line 17 column 8, line 39 -column 11, line 29; figures 1,9	1-28
A	YAMANAKA K ET AL: "LATERAL FORCE MODULATION ATOMIC FORCE MICROSCOPE FOR SELECTIVE IMAGING OF FRICTION FORCES" JAPANESE JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, JP, PUBLICATION OFFICE JAPANESE JOURNAL OF APPLIED PHYSICS. TOKYO, vol. 34, no. 5B, PART 01, 1 May 1995 (1995-05-01), pages 2879-2882, XP000721036 ISSN: 0021-4922 cited in the application figure 1	1-28

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/DE 00/00003

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0896201 A	10-02-1999	JP 11108940 A	23-04-1999
US 5763768 A	09-06-1998	NONE	

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter: nales Aktenzeichen

PCT/DE 00/00003

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 G01N13/16 G01N19/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 G01N G01B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	<p>KOLESKE D D ET AL: "DESING AND CALIBRATION OF A SCANNING FORCE MICROSCOPE FOR FRICTION,ADHESION, AND CONTACT POTENTIAL STUDIES" REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS,US,AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, Bd. 66, Nr. 9, 1. September 1995 (1995-09-01), Seiten 4566-4574, XP000528719 ISSN: 0034-6748 Seite 4566, rechte Spalte, letzter Absatz -Seite 4573, linke Spalte, Absatz 1; Abbildungen 1,3</p> <p style="text-align: center;">--- -/-</p>	1-3

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

7. Juni 2000

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

16/06/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Müller, T

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter: **nales Aktenzeichen**

PCT/DE 00/00003

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
P, X	EP 0 896 201 A (SEIKO INSTR INC) 10. Februar 1999 (1999-02-10) Spalte 4, Zeile 9 -Spalte 9, Zeile 34; Abbildungen 1,3	1-6,8
A	US 5 763 768 A (PORTER MARC D ET AL) 9. Juni 1998 (1998-06-09) Spalte 1, Zeile 53 -Spalte 2, Zeile 17 Spalte 8, Zeile 39 -Spalte 11, Zeile 29; Abbildungen 1,9	1-28
A	YAMANAKA K ET AL: "LATERAL FORCE MODULATION ATOMIC FORCE MICROSCOPE FOR SELECTIVE IMAGING OF FRICTION FORCES" JAPANESE JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, JP, PUBLICATION OFFICE JAPANESE JOURNAL OF APPLIED PHYSICS. TOKYO, Bd. 34, Nr. 5B, PART 01, 1. Mai 1995 (1995-05-01), Seiten 2879-2882, XP000721036 ISSN: 0021-4922 in der Anmeldung erwähnt Abbildung 1	1-28

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 00/00003

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0896201	A	10-02-1999	JP 11108940 A	23-04-1999
US 5763768	A	09-06-1998	KEINE	